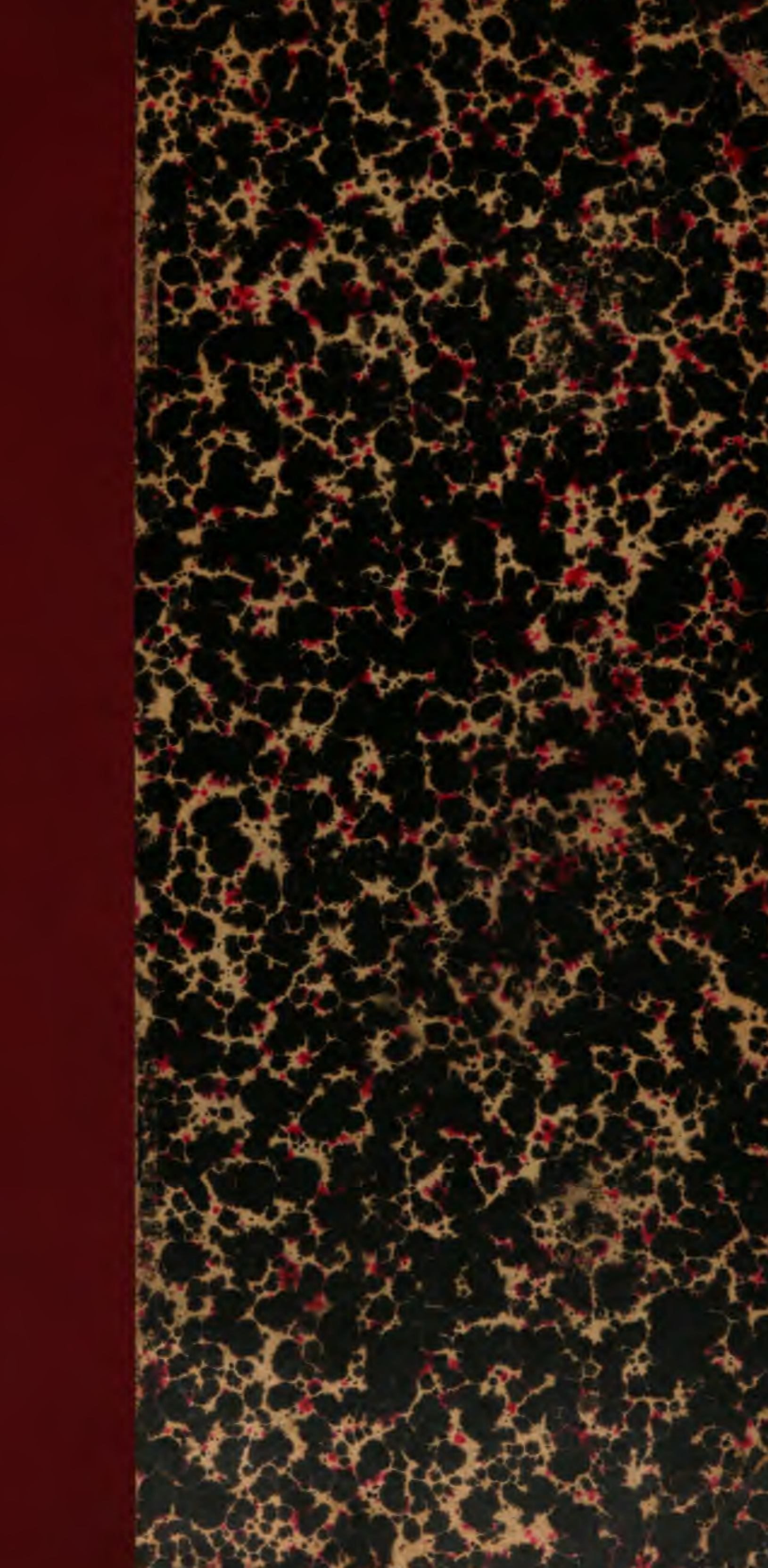




CHIMIE

THÉORIQUE ET PRATIQUE

DES

INDUSTRIES DU SUCRE

PAR

Hippolyte LEPLAY

ÉTUDE

HISTORIQUE, CHIMIQUE ET INDUSTRIELLE

DES

PROCÉDÉS D'ANALYSE DES MATIÈRES SUCRÉES

CONSIDÉRÉS

AU POINT DE VUE DES PROGRÈS RÉALISÉS ET A RÉALISER

DANS LA FABRICATION ET LE RAFFINAGE
DES SUCRES DE BETTERAVES ET DE CANNES;

SUIVIE

de la description d'un nouveau procédé d'analyse chimique industrielle des matières sucrées

PREMIER VOLUME.

PARIS

IMPRIMERIE ET LIBRAIRIE DE L. BAUDOIN ET Ce

30, Rue et Passage Dauphine, 30

1883

CHIMIE THÉORIQUE ET PRATIQUE DES INDUSTRIES DU SUCRE.

ÉTUDE

HISTORIQUE, CHIMIQUE ET INDUSTRIELLE

DES

PROCÉDÉS D'ANALYSE DES MATIÈRES SUCRÉES

PARIS. — IMPRIMERIE L. BAUDOIN ET Ce, RUE CHRISTINE, 2.

CHIMIE

THÉORIQUE ET PRATIQUE

DES

INDUSTRIES DU SUCRE

PAR

Hippolyte LEPLAY

ÉTUDE

HISTORIQUE, CHIMIQUE ET INDUSTRIELLE

DES

PROCÉDÉS D'ANALYSE DES MATIÈRES SUCRÉES

CONSIDÉRÉS

AU POINT DE VUE DES PROGRÈS RÉALISÉS ET A RÉALISER

DANS LA FABRICATION ET LE RAFFINAGE
DES SUCRES DE BETTERAVES ET DE CANNES;

SUIVIE

de la description d'un nouveau procédé d'analyse chimique industrielle
des matières sucrées

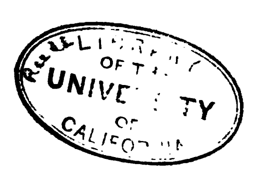
PREMIER VOLUME.

PARIS

IMPRIMERIE ET LIBRAIRIE DE L. BAUDOIN ET Ce

30, Rue et Passage Dauphine, 30

1883



PRÉFACE

DE L'OUVRAGE GÉNÉRAL.

Depuis quarante années j'accumule successivement et patiemment les matériaux d'un ouvrage *sur les industries du sucre.*

La rédaction en a été commencée, puis interrompue, puis reprise, puis de nouveau ajournée, suivant les circonstances, sans jamais abandonner la résolution de la mener à bonne fin.

J'en ai extrait, à plusieurs époques divers mémoires qui ont été publiés et qui présentaient alors un certain caractère de nouveauté scientifique et d'actualité industrielle (1). Depuis quelques années, j'ai eu assez de loisirs et de liberté d'esprit pour en reprendre la rédaction définitive.

Les industries du sucre ont pris un si grand développement, les connaissances variées qu'elles exigent, les nombreuses recherches qu'elles ont provoquées, les faits et les principes qui doivent présider à leurs opérations et éclairer leur marche, se sont tellement

(1) Je donnerai à la fin de cette introduction les ouvrages où se trouvent publiés ces différents travaux.

multipliés, que chaque partie, pour être bien traitée, a besoin d'un plus grand développement que celui qu'elle a reçu jusqu'à présent.

L'ouvrage dont je commence la publication a pour titre général : *Chimie théorique et pratique des industries du sucre.*

Il est divisé en plusieurs parties, formant autant de volumes. Chaque volume portera un sous-titre, désignant le sujet spécial qu'il traite.

Ces différents volumes réunis formeront un ouvrage complet de la partie chimique des Industries du sucre.

Cet ouvrage n'a pas mission de faire connaître les éléments de chimie que toute personne qui s'occupe du travail du sucre doit posséder; cette partie se trouve longuement traitée dans tous les ouvrages de chimie générale. Il n'abordera que dans des limites fort restreintes la chimie des différents sucres à l'état de pureté, qui se trouve très longuement exposée dans la plupart des ouvrages sur la fabrication et le raffinage des sucres; laissant de côté toute la partie mécanique qui a été complètement traitée dans certains ouvrages spéciaux, il entreprend l'étude chimique des matières sucrées qui sont utilisées ou qui peuvent être utilisées à la production du sucre, depuis leur origine, leur formation sous l'influence de la végétation, les changements, modifications, transformations qu'elles subissent sous l'influence du travail industriel, les altérations qui s'y produisent, les moyens d'en prévenir les effets, ou d'en diminuer l'importance. Enfin, cet ouvrage contiendra les connaissances chimiques et les détails techniques nécessaires à l'application des divers procédés, à

leur choix, à leur contrôle, à l'examen des principes qui leur servent de base, et à l'étude des progrès réalisés et des problèmes à résoudre dans ces industries.

L'étude scientifique et industrielle du problème des progrès à réaliser dans les industries du sucre, comme dans toutes les industries, doit comprendre essentiellement la connaissance du passé, c'est-à-dire de son histoire, la connaissance du présent, c'est-à-dire des moyens et procédés qu'elle emploie, et ce n'est qu'avec l'aide de ces premiers termes du problème que l'on peut chercher le troisième avec l'espérance d'en trouver la solution et d'en dégager de nouveaux progrès.

Telle est la méthode suivie dans la rédaction.

Cet ouvrage, considéré dans son ensemble et dans son idée générale, est donc l'application de la chimie à l'étude des matières sucrées en formation dans la végétation (plantes saccharigènes), et en fonction de travail (matières saccharifères), dans la fabrication et le raffinage du sucre, en vue d'arriver dans ce double but à de nouveaux progrès.

C'est la chimie mise à la disposition de l'étude, de la production du sucre à plus bas prix.

Tel est le but poursuivi dans ce travail.

Comme on peut en juger par ce court exposé, cet ouvrage ne doit faire dans aucun cas double emploi avec les ouvrages déjà publiés sur les industries du sucre.

Ainsi la mélasse, ce résidu des industries du sucre qui représente une perte de 25 à 50 p. 100 du sucre fabriqué, contre laquelle tous les efforts du travail industriel doivent être dirigés, n'occupe dans les

ouvrages techniques les plus récents, qu'un espace très restreint, soit par exemple :

Walkhoff, sur 2 volumes......	25	pages	(1).
Basset, sur 3 vol............	82	—	(2).
Stammer, sur 1 vol..........	14	—	(3).
Maumené, sur 2 vol.........	36	—	(4).
Vivien, sur ? vol...........	?	—	(5).
Horsin-Deon, sur 1 vol......	32	—	(6).

L'ouvrage que je publie, au contraire, étudiera les influences sous lesquelles elle se produit, les moyens de les diminuer ou de les faire disparaître, les industries auxquelles elle sert de matière première, et cette étude occupera plusieurs volumes, il sera le complément indispensable pour toutes les personnes qui se proposent d'étudier la partie scientifique, théorique et pratique des industries du sucre ; pour tous ceux qui y prennent une part active ; enfin pour tous ceux qui s'intéressent à ses progrès, soit directement, soit indirectement.

Certains esprits pourront trouver qu'il a été fait dans cet ouvrage une part trop grande aux questions historiques. Il existe dans la jeune génération une tendance

(1) Walkhoff, *Traité complet de la fabrication et du raffinage du sucre de betterave ;* édition originale française, par Merijot, 2 volumes, année 1871.

(2) Basset, *Guide pratique du fabricant de sucre et du raffineur ;* 2e édition, 3 volumes, 1873.

(3) Stammer, *Traité complet théorique et pratique de la fabrication du sucre.* — Guide pratique du fabricant. — 1 volume.

(4) Mauméné, *Traité théorique et pratique de la fabrication du sucre.*

(5) Vivien ?

(6) Horsin-Deon, *Traité théorique et pratique de la fabrication du sucre.* — 1 volume, 1882.

marquée à faire table rase avec tout ce qui a précédé. Les chimistes qui entrent dans la voie des recherches scientifiques et industrielles dateraient volontiers l'origine de la chimie et de ses applications dans les industries du sucre, de leurs travaux de début.

Sans contester la valeur de ces travaux, alors même qu'ils ne renfermeraient que des faits déjà connus et publiés, ils auraient leur même degré d'utilité, si au lieu d'apparaître comme faits nouveaux dont un grand nombre d'esprits sont toujours disposés à contester la réalité, ils étaient présentés comme corroborant des observations antérieures, comme confirmant des faits déjà observés, et comme ayant surtout pour but d'en donner une démonstration nouvelle plus complète et plus scientifique.

Dans le domaine scientifique, les faits nouveaux n'acquièrent une notoriété définitive, une consécration scientifique, que lorsqu'ils ont été vérifiés par de nouveaux expérimentateurs : c'est ainsi que des observations admises d'abord comme des vérités, reprises et vérifiées par d'autres expérimentateurs, ont été rejetées ou modifiées, comme mal ou incomplètement observées, et ont ainsi conduit à des découvertes nouvelles que l'on était loin de soupçonner.

Rectifier ou confirmer des faits acquis, des observations connues, a donc son degré d'utilité, comme de les découvrir et de les constater pour la première fois.

C'est ainsi et surtout par ces moyens que les sciences expérimentales progressent.

« La science qui fait litière de son histoire est bien « près de faire bon marché de ses espérances. » (Chaptal).

Ce qui est vrai pour la science pure devient encore plus vrai pour la science appliquée ; là, les conséquences de l'erreur deviennent beaucoup plus graves.

Dans les sciences, une erreur non reconnue ne porte préjudice qu'à la vérité ; constatée, elle ne porte préjudice qu'à la considération scientifique de celui qui l'a commise.

Il en est tout autrement dans le domaine de l'application : l'erreur peut occasionner des pertes de temps et d'argent quelquefois considérables, et c'est là surtout que les travaux de vérification ont une grande importance ; le chimiste qui s'y applique ne déroge en rien, et, en conservant à ses travaux leur caractère de vérification, il contribuera puissamment à faire rejeter ou à faire admettre les faits antérieurs comme des erreurs ou des vérités indiscutables à adopter.

Le chimiste qui s'occupe d'études d'applications industrielles, qui prend pour tâche de faire progresser l'industrie, doit donc connaître la nature, la valeur et la portée des travaux qu'il entreprend, et dans ce but il doit étudier tout ce qui l'a précédé, tout ce qui a été écrit et tenté avant lui, les richesses du domaine public sur le problème qu'il cherche à résoudre, et ce travail lui est d'autant plus nécessaire que sans cette étude il est exposé à rencontrer sur sa route des faits connus, des découvertes déjà faites, qui lui paraîtront nouvelles et sur lesquelles il fondera de grandes espérances de fortune et d'avenir, qui viendront un jour crouler sous le coup des antériorités que la contrefaçon ne manquera pas d'opposer au privilège dont il se croit bien armé, — de la perte du temps, d'argent, d'illusions ; de là aussi, souvent, le découragement.

Si au contraire, s'inspirant des faits connus, vérifiés,

acquis à la science, il en fait le point de départ de nouvelles études, il peut être certain, s'il avance, de ne pas faire fausse route et de rester en possession de ce qu'il aura découvert.

L'invention qui ne procède que de l'imagination n'est le plus souvent qu'une illusion ; elle devient réelle lorsqu'elle prend un point de départ dans la connaissance exacte de ce qui existe, et qu'elle fait un pas de plus vers la perfection.

Ces considérations sont applicables à toutes les industries qui relèvent directement des connaissances chimiques ; elles sont surtout applicables dans les industries du sucre.

Rien n'est plus curieux, plus instructif et plus encourageant que de suivre dans leurs causes, dans leurs effets et dans leurs résultats, les transformations successives qu'ont subies les principales opérations de ces industries depuis leur naissance ; par exemple, l'extraction du jus, la défécation, l'emploi de la chaux avec les doses minimes du début et les quantités considérables du présent, l'emploi varié de l'acide carbonique, l'évaporation et la cuite des sirops ; le degré de perfection et d'imperfection de ces diverses opérations et les moyens de les améliorer.

Mais où la jeunesse studieuse destinée à créer, inventer, trouvera-t-elle tous ces éléments du passé qui lui sont si utiles et qui se trouvent épars dans un grand nombre de publications, sans lien et sans relation entre eux? Aucun ouvrage sur les industries du sucre ne s'est occupé sérieusement de ces questions, et c'est sans doute à cette absence des enseignements du passé qu'il faut attribuer le peu de progrès réalisés dans la partie chimique de ces industries, depuis une

quinzaine d'années, malgré de nombreux travaux qui, au lieu de marcher en avant, ne font que faire revivre le passé.

L'étude historique des faits et procédés de la science et de l'industrie trouve donc sa justification complète comme partie intégrante de cet ouvrage, par les considérations qui précèdent, et peut être considérée comme le point de départ le plus sûr dans la recherche de nouveaux progrès.

Les exigences des applications industrielles bien comprises devraient même aller plus loin; l'étude industrielle des faits et procédés nouveaux ne devrait pas seulement comprendre la détermination des conditions bien définies dans lesquelles ces faits se produisent, et dans lesquelles les procédés réussissent mais encore déterminer les conditions dans lesquelles ces faits ne se produisent pas, ou ces procédés ne réussissent qu'imparfaitement, ou même pas du tout.

Combien de procédés nouveaux ont dû leur insuccès au passage du laboratoire à l'atelier! ils sont si nombreux qu'il est admis comme idée juste que dans le plus grand nombre de cas, les procédés de laboratoire sont impraticables dans l'atelier; et les ennemis du progrès s'en sont souvent fait une arme pour justifier leur aversion contre tous les changements et améliorations qui peuvent troubler leur quiétude.

Lorsqu'on examine bien les difficultés de la réalisation manufacturière des faits et des procédés du laboratoire, et les causes de leur insuccès, on reste convaincu que le plus souvent elles résident dans une étude incomplète, au laboratoire, des conditions de succès et surtout d'insuccès desdits procédés.

On attribue généralement ces difficultés à l'action

des masses, des volumes, du temps, de la durée des opérations. Mais lorsque les réactions qui se produisent sont le résultat d'actions et de combinaisons chimiques, ces actions et ces combinaisons se faisant, dans le plus grand nombre de cas, en proportions définies, les masses, le volume, le temps, n'ont qu'une action très limitée sur les résultats ; et d'ailleurs le plus souvent cette action est plus facile à étudier dans le laboratoire, avec les moyens de précision dont le chimiste dispose, que dans l'atelier, où ces moyens lui font généralement défaut.

Il ne suffit donc pas, pour qu'un moyen nouveau réussisse dans son application industrielle, de connaître les influences qui peuvent contribuer à son succès ; il est aussi nécessaire de connaître celles qui lui sont contraires.

On peut voir par là l'importance que peut prendre une étude ainsi complétée, et l'influence qu'elle peut avoir sur les progrès futurs des industries du sucre.

C'est en m'inspirant de ces principes que j'entreprends la rédaction et la publication de cet ouvrage.

L'étude historique des faits et procédés de la science appliquée à l'industrie doit avoir pour conséquence inévitable la mise en relief de certaines personnalités. Je m'efforcerai de faire connaître tous les efforts individuels tentés vers le progrès, et de rendre justice à chacun avec la plus grande impartialité, mais aussi avec la plus grande indépendance, dans les travaux qui seront passés en revue dans cet ouvrage, en suivant autant que possible leur ordre chronologique ; s'il s'en trouve qui soient ignorés de la génération présente, et qui contribuent à grandir encore une person-

nalité déjà bien grande, Dubrunfaut, je rappellerai que cette personnalité fut mon maître, et que je prends à tâche de faire connaître ses travaux et les services qu'ils ont rendus.

INTRODUCTION DU IER VOLUME.

J'ai cru devoir placer comme premier volume de cet ouvrage l'étude des différents procédés d'analyse chimique des matières sucrées.

Parmi les connaissances chimiques les plus indispensables dans l'étude des industries du sucre, il faut placer au premier rang les divers procédés d'analyse (1) destinés à faire connaître la composition chimique des différentes matières sucrées qu'elles utilisent et qu'elles produisent.

Le sucre cristallisable, désigné indifféremment sous les noms de sucre de canne, sucre de betterave, sucre prismatique, et dans la chimie moderne sous le nom de saccharose, ce sucre à l'état de pureté est tout à fait identique dans ses propriétés physiques et chimiques et dans sa composition intime, qu'il provienne soit de la tige de la canne, du sorgho, du maïs, soit de la racine de betterave, ou de toute autre plante ; mais il

(1) « Analyse. — Ce mot est grec d'origine : *Analucis*, formé du « mot *ana* derechef, et de *luo*, je résous : ce terme signifie, à proprement parler, *résolution*, ou le développement d'un tout en ses « parties.

« L'analyse chimique est la décomposition d'un corps par la séparation des principes ou des parties constituantes dont il est « formé. *L'analyse est le véritable flambeau de la chimie théorique et « pratique.* » (*Encyclopédie*, article *Analyse*.)

n'existe pas à l'état de pureté dans ces produits de la végétation ; il s'y trouve toujours allié à diverses substance très variables dans leur composition et dans leur quantité, et quelquefois aussi avec d'autres sucres, de propriétés et de composition différentes, tel que le sucre désigné sous le nom de sucre incristallisable, sucre interverti, sucres réducteurs (glucose et levulose), et désigné sous le nom générique de glucose, nom qui sera plus généralement adopté dans cet ouvrage.

L'analyse des matières sucrées doit avoir pour but de déterminer non seulement la nature et la quantité des différents sucres qu'elles contiennent, mais encore la nature et la quantité des substances diverses qui accompagnent le sucre dans les matières qui se trouvent désignées ici sous le nom de matières sucrées (1).

La fabrication et le raffinage des sucres peuvent même être considérés comme faisant partie du domaine de l'analyse chimique. Mathieu de Dombasle a écrit : « Les travaux de l'atelier ne sont en définitive « que des opérations d'analyse sur une grande échelle (2). »

(1) Dans cet ouvrage, les matières sucrées seront désignées sous ce même nom, ou encore indifféremment sous le nom de *matières saccharifères*. La betterave elle-même et les autres plantes sucrées, désignées dans une partie de cet ouvrage sous le nom de *saccharigènes*, peuvent être considérées en fabrication de sucre comme matières sucrées ou saccharifères, sans établir de confusion ; la dénomination saccharigène étant réservée aux plantes saccharigènes en végétation, et la dénomination saccharifère, aux parties de ces plantes utilisées dans la fabrication du sucre. La dénomination de matières sucrées désigne indistinctement tous les produits sucrés qui se rencontrent dans le travail des sucres, depuis la matière première jusqu'au résidu, la mélasse.

(2) Mathieu de Dombasle, *Instruction sur la fabrication du sucre de betterave*. Brochure. Paris, 1839.

En effet, la fabrication et le raffinage des sucres ont pour but de livrer au commerce et à la consommation le sucre extrait des plantes saccharifères, dans un état se rapprochant du sucre pur (saccharose).

Il est donc nécessaire d'éliminer de ce sucre les matières étrangères qui l'y accompagnent. Cette élimination se fait par une suite de procédés et d'opérations successives dont l'ensemble constitue la partie pratique de la fabrication et du raffinage des sucres, et donne naissance à différents produits secondaires qui ont une grande influence sur les opérations de la fabrication, sur les difficultés qu'elles présentent, sur les altérations et les pertes qu'elles occasionnent, et sur le résultat final, la quantité et la qualité du sucre obtenu, et son prix de fabrication.

Parmi ces produits secondaires, il faut citer, dans l'ordre où ils se produisent : la pulpe, résidu de l'extraction du jus ; les écumes, résidu de la défécation ; le noir animal, résidu de la filtration des jus et sirops ; enfin la mélasse, résidu de la cristallisation du sucre.

Le sucre lui-même, produit principal, cristallisant au milieu de liquides chargés de matières étrangères, participe plus ou moins, selon la composition des liquides au milieu desquels il a cristallisé, de l'impureté de ces liquides.

D'un autre côté, il peut se produire, et il se produit souvent pendant ces diverses opérations, des altérations du sucre qui contribuent à en réduire le rendement, c'est-à-dire la quantité de sucre obtenue.

A ces divers points de vue, le fabricant de sucre et le raffineur ont le plus grand intérêt de se rendre compte de la valeur des produits saccharifères sur lesquels ils opèrent, des pertes en sucre, dans les résidus

de la pureté relative des liquides sucrés en cours de travail, et des altérations qui peuvent s'y produire.

L'analyse chimique seule peut fournir les moyens de cet examen.

Ces moyens d'examen ne doivent pas se renfermer exclusivement dans la détermination de la quantité de sucre, mais bien encore dans la détermination des quantités de matières étrangères au sucre ; en effet, les difficultés que rencontrent le fabricant et le raffineur dans leurs travaux ne dépendent pas seulement de la quantité de sucre que contiennent les matières saccharifères qu'ils emploient comme matière première, mais aussi de la quantité et de la nature chimique des matières étrangères auxquelles ce sucre se trouve allié.

L'analyse des produits saccharifères doit donc porter non seulement sur la détermination des quantités de sucre, mais encore sur la détermination des matières étrangères.

Tel a été le point de départ de l'analyse chimique appliquée aux produits saccharifères. Mais, à mesure que la chimie faisait de nouveaux progrès, l'analyse chimique pénétrait plus profondément dans l'étude des matières sucrées. Elle ne s'est plus proposé pour but de déterminer seulement la quantité de sucre, mais la nature chimique des différents sucres, cristallisable et incristallisable (réducteurs), qui pouvaient s'y rencontrer.

Il en a été de même de la détermination des matières érangères ; prises d'abord dans leur ensemble. Les progrès de la chimie aidant, on a cherché à déterminer la nature chimique spéciale à chacun des produits renfermés sous le nom de *non-sucre ;* de là, la distinction

dans l'analyse des matières salines et des matières organiques.

Parmi ces matières étrangères, les unes sont éliminées dans les différentes opérations de la fabrication et du raffinage ; d'autres, que ces opérations sont impuissantes à éliminer, accompagnent le sucre dans toutes ces opérations et se retrouvent dans le résidu mélasse ; ce sont surtout les matières salines, les bases potasse, soude, chaux et magnésie, en combinaison avec des acides organiques et inorganiques.

Ces matières salines sont toujours accompagnées, dans la mélasse, d'une certaine quantité de sucre qui paraît assez constante pour les mélasses d'une même origine, comme par exemple la mélasse de fabrique de sucre de betterave. En comparant la quantité de matières salines amenées à une forme déterminée et toujours la même, avec la quantié de sucre contenue également dans la mélasse d'une même origine, on est parvenu à établir le rapport du sucre au produit salin dans la mélasse, et l'on en a fait un coefficient qui a été désigné sous le nom de coefficient salin des produits saccharifères.

Ce coefficient salin, ainsi établi, a servi à la détermination de la valeur relative des différentes matières sucrées au point de vue de leur rendement en sucre et en mélasse et a donné ainsi naissance à un *art nouveau la mélassimétrie*, qui aujourd'hui sert de base, en France, à toutes les transactions commerciales du sucre, et à la perception de l'impôt.

Mais le plus souvent, dans l'examen chimique des différentes opérations de la fabrication, on ne pousse pas l'analyse chimique aussi loin. Au lieu de profiter de toutes les ressources qu'elle peut fournir, on se

borne à ce qu'elle présente de plus facile et de plus vite fait : on dose le sucre et le non-sucre en bloc par des moyens imparfaits, et l'on déduit des nombres un *quotient de pureté* avec lequel on établit la valeur relative des produits et des procédés.

Cette méthode rétrécie d'appliquer l'analyse chimique dans le travail des sucres, est tout à fait insuffisante : elle réduit le rôle de l'analyse à un contrôle toujours inexact, et la participation du chimiste à une fonction à peu près automatique.

Ce n'est pas ainsi que le rôle de l'analyse chimique et du chimiste dans les industries du sucre doit être compris ; ce n'est pas en suivant cette voie étroite que l'on peut attendre de nouveaux progrès de son application ; ce n'est pas en bornant ainsi ses moyens d'examen que l'analyse chimique a rendu de si grands services à la fabrication du sucre.

L'analyse chimique appliquée en sucrerie et en raffinerie ne doit donc pas se borner au dosage du sucre et au dosage en bloc des matières étrangères! Elle doit pénétrer plus profondément dans la composition intime de tous les produits en cours de travail dans ces industries ; elle doit déduire les conséquences des nombres qu'elle obtient, en faire ressortir les faits, établir les relations qu'ils présentent entre eux, en étudier les causes et les effets, étudier les différentes circonstances dans lesquelles ils se produisent, signaler les influences les plus favorables et indiquer les moyens de les faire naître, signaler les influences nuisibles et indiquer les moyens de les éviter, enfin éclairer la marche vers le but poursuivi, qui doit être avant tout l'abaissement du prix de production.

Elle ne doit pas seulement se borner à contrôler les

opérations ; elle doit en fournir la justification, leur raison d'être, les causes de leur préférence ; elle doit, en un mot, justifier la pratique et en donner l'explication, c'est-à-dire la théorie sur des bases scientifiques exactes.

Pour remplir ce rôle avec succès, l'analyse chimique doit employer tous les moyens que la science peut mettre à sa disposition, et, s'ils sont impuissants, elle doit en rechercher de nouveaux.

Lorsqu'on examine avec soin les circonstances qui ont amené les découvertes les plus saillantes et les plus importantes réalisées à différentes époques dans les industries du sucre, on peut se convaincre qu'elles ont eu pour point de départ un nouveau moyen d'investigation dans le domaine de l'analyse chimique.

1748. — C'est par une analyse chimique que Margraff découvre dans la betterave un sucre cristallisable analogue à celui que l'on extrait de la canne ; analyse qui fut le véritable point de départ de la fabrication du sucre de betterave.

1812. — C'est l'analyse par cristallisation d'une dissolution de sucre dans l'eau après une longue ébullition établissant la transformation du sucre cristallisable en incristallisable, qui conduit Howard à l'évaporation et la cuite des sirops dans le vide.

1824. — C'est une analyse du jus de betterave et l'examen de l'action de l'acide sulfurique sur ce jus qui font connaître à Dubrunfaut la fermentation du jus de betterave avec production de la levure nécessaire à cette fermentation, découverte qu'il devait rendre féconde 25 années plus tard, en créant la distillation du jus de betterave.

1830. — C'est une simple comparaison, à l'aide de l'aréomètre Baumé, des densités d'une dissolution de sucre pur et des sirops qui s'écoulent des différentes masses cuites, en cristallisation, qui conduit Dubrunfaut à la détermination des matières étrangères au sucre contenues dans les sirops, et de la pureté relative des diverses matières sucrées des sucreries et des raffineries; procédé d'analyse, qui depuis, a plusieurs fois changé de nom sans en changer les bases et qui est encore le procédé le plus employé dans la fabrication du sucre de betterave dans tous les pays, sous les nom de saccharomètre de Balling, de Brix, de Vivien et autres, et dont on a tiré le quotient de pureté.

1832. — C'est une analyse de la mélasse, et son incinération dans un simple têt à rôtir, qui fait découvrir à Dubrunfaut, armé de la burette alcalimétrique de Gay-Lussac, l'existence dans la mélasse de betterave d'une grande quantité de sels de potasse; découverte qui fut le point de départ d'une nouvelle industrie, la fabrication des salins de mélasse, dont Dubrunfaut prit l'initiative quelques années plus tard, et qu'il parvint à réaliser (1836).

1840. — C'est la découverte d'un nouveau moyen de doser le sucre cristallisable et le sucre incristallisable dans la mélasse, qui conduisit Dubrunfault et Leplay, à poser les bases de nouveaux procédés d'extraction du sucre par la méthode des sucrates; industrie qui fut réalisée par les inventeurs en 1849, et qui succomba après 25 années de luttes, sous les coups réitérés des lois fiscales; découverte autour de laquelle gravitent de nos jours si péniblement les divers procédés de l'élution, de la substitution, et autres qui n'ont de nouveauté que le nom.

1852. — C'est la comparaison du sucre et des sels accusés par l'analyse chimique qui conduit Dubrunfaut a poser les bases de ce nouvel instrument de comparaison de la valeur des matières sucrées, désigné sous le nom de coefficient salin, qui sert de base aujourd'hui aux transactions commerciales et à la perception de l'impôt.

1863. — C'est encore l'analyse chimique qui a conduit Dubrunfaut à l'analyse osmotique, cet élégant procédé encore si mal compris, qui donne ce résultat remarquable de séparer de la mélasse du sucre et des sels qui réunis restent incristallisables, et qui séparés recouvrent leurs propriétés de cristallisation.

1868. — C'est encore l'analyse chimique qui révèle à Dubrunfaut une nouvelle altération du sucre cristallisable pendant le travail des sucres, passée jusqu'à présent à peu près inaperçue malgré ses publications et qui cependant contribue puissamment à la formation de la mélasse dans ces industries.

Telles sont les grandes étapes parcourues par l'analyse chimique dans le domaine de l'industrie du sucre. En étudiant pas à pas le chemin parcouru, on se forme une juste et haute idée des services qu'elle a rendus et des services qu'elle est appelée encore à rendre ; mais pour arriver à ce résultat il faut qu'elle sorte de l'humble position dans laquelle elle se trouve renfermée ; elle ne doit pas se borner à des constatations, à des déterminations de quantité et de qualité, elle ne doit pas seulement servir de contrôle à l'industrie dans ses opérations, de guide au commerce dans ses transactions et de base à l'établissement et à la perception de l'impôt ; elle doit encore avoir pour mission l'étude

des procédés de fabrication, la détermination de leur valeur relative, établir leur imperfection, poser les problèmes des progrès futurs, chercher, étudier les moyens de les résoudre.

Telle est la véritable mission de l'analyse chimique dans les industries du sucre, et c'est l'étude de l'analyse chimique ainsi comprise et de ses différents procédés qui fait le sujet principal de ce premier volume.

Les volumes qui suivront sont sous presse et en voie de formation.

Quoique se rattachant à l'ouvrage général, chaque volume traitant une question spéciale se vendra séparément.

H. LEPLAY.

NOTA. — Les chimistes qui suivent la théorie atomique pourront être surpris qu'elle n'ait pas servi de base aux différentes formules et équations chimiques qui doivent figurer dans cet ouvrage; je répondrai que traitant des questions de chimie appliquée à l'industrie, je n'ai pas dû y faire entrer les formules atomiques exclusivement basées sur des données hypothétiques, je me suis renfermé dans l'emploi des équivalents chimiques qui n'ont rien de problématique, en prenant pour poids de comparaison l'oxygène représenté par 100.

J'ai continué d'écrire, comme le *Traité de chimie* de MM. Pelouze et Fremy, par exemple le sulfate de potasse par SO^3KO, au lieu de SO^4K, selon la mode du jour; parce que ni l'une ni l'autre formule ne peut avoir la prétention d'indiquer l'arrangement moléculaire des éléments entre eux, tandis que la première peut donner au moins l'idée des matières avec lesquelles on peut donner naissance à ce composé, c'est-à-dire l'acide sulfurique et la potasse.

LISTE PAR ORDRE DE DATE

DE MES DIVERSES PUBLICATIONS

CONCERNANT

L'INDUSTRIE DU SUCRE ET DE L'ALCOOL.

---

1. 19 juillet 1855 (*Moniteur industriel*). — Mémoire sur un nouveau mode de fermentation et de distillation directe de la betterave sans production préalable de jus.
2. 2 août 1855 (*Moniteur industriel*). — Lettre sur la distillation de la betterave.
3. 11 août 1855 (*Moniteur industriel*). — Lettre sur la distillation de la betterave.
4. 24 août 1856 (*Journal de la Société centrale d'agriculture de Belgique*). — Lettre sur la valeur nutritive des pulpes de betteraves.
5. 1856. Brochure. (*Recueil des travaux de la Société d'émulation pour les sciences pharmaceutiques.*) — Note sur la fermentation et sur la distillation directe de la betterave en morceaux.
6. 1856 (*Mes procès en contrefaçon*). — Un volume in-4° de 400 pages, avec 5 planches, sur la distillation de la betterave en morceaux.
7. 1858, mars (*Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des Sciences*, tome XLVI, page 444). — Mémoire. — Études chimiques sur le sorgho sucré.
8. 1858, mai (Brochure). — Culture du sorgho sucré comme plante industrielle et comme plante fourragère.
9. 1860 (*Comptes rendus hebdomadaires de l'Académie des Sciences*). Études chimiques sur la betterave à sucre, dite betterave blanche de Silésie.
   Tome LI, page 166. — 1er mémoire.
   Tome LI, page 201. — 2e mémoire.
   Tome LIII, page 185. — 3e mémoire.

10. 1860, juillet (*Journal d'agriculture pratique*, 1868, page 97). — Lettre sur la distillation agricole de la betterave.

11. 1860, août (*La Culture*, tome II, page 157). — Lettre sur la distillation agricole de la betterave.

12. 1860, octobre (*Journal d'agriculture pratique*, page 319). — Lettre sur la distillation agricole de la betterave.

13. 1861, février (*Journal d'agriculture pratique*). — Lettre sur la distillerie agricole de la betterave.

14. 1862 (*Journal d'agriculture pratique*). — Lettre sur les siroperies agricoles et les sucreries-distilleries de betteraves.

15. 1862 (*Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des Sciences*, tome LIV, page 270). — Mémoire sur un nouveau mode d'épuration des jus sucrés, et sur un nouveau moyen de révivification du noir animal, par Leplay et Cuisinier.

16. 1862, novembre (*Journal des fabricants de sucre*). — Lettre sur la révivification du noir animal en grain (Leplay et Cuisinier).

17. 1863, 8 et 15 février (*Journal des fabricants de sucre*). — Lettres sur les siroperies et les sucreries agricoles.

18. 1863, mars 15 (*Journal des fabricants de sucre*). — Lettres sur les siroperies et les sucreries agricoles.

19. 1863, avril 19 (*Journal des fabricants de sucre*). — Lettre sur la présence du glucose dans la mélasse des fabriques de sucre de betteraves.

20. 1863, 24 mai (*Journal des fabricants de sucre*). — Lettre sur la présence du glucose dans la mélasse des fabriques de sucre de betteraves.

21. 1863, 11 et 21 juin (*Journal des fabricants de sucre*). — Lettres sur la présence du glucose dans la mélasse des fabriques de sucre de betteraves.

22. 1863 (Brochure). — L'impôt sur le sucre considéré au point de vue des progrès à réaliser dans la fabrication du sucre.

23. 1864 (*Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des Sciences*, tome LX, page 221). — Mémoire sur les difficultés généralement signalées dans la fabrication du sucre de betteraves, dans la campagne de 1863, 1864 (Leplay et Cuisinier).

24. 1864 (Brochure). — Distilleries agricoles, système Leplay.

25. 1865, 10 et 17 décembre (*Journal des fabricants de sucre*). — Lettre sur les difficultés de cuite et sur la fermentation dans la fabrication du sucre de betteraves (Leplay et Cuisinier).

26. 1865 (Brochure). — Instructions pratiques sur l'emploi du noir épurant dans la fabrication du sucre de betteraves (Leplay et Cuisinier).

27. 1866 (*Journal des fabricants de sucre*). — Note sur l'effeuillage des betteraves pendant leur végétation.

28. 1874, octobre (*La Sucrerie belge*). — Lettre sur l'application de l'osmose et ses avantages (Leplay et Cuisinier).

29. 1882, 30 octobre (*Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des Sciences*). — Études chimiques sur la betterave à sucre.

30. 1882, 6 novembre (*Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des Sciences*). — Étude chimique sur la betterave à sucre.

31. 1882, 13 novembre (*Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des Sciences*). — Étude chimique sur la betterave à sucre.

32. 1882, 20 novembre (*Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des Sciences*). — Étude chimique sur la betterave à sucre.

33. 1882, 27 novembre (*Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des Sciences*). — Études chimiques sur le maïs à différentes époques de sa végétation.

34. 1882, 4 décembre (*Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des Sciences*). — Études chimiques sur le maïs à différentes époques de sa végétation.

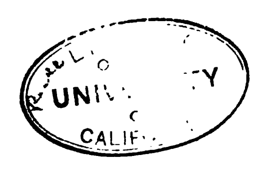
35. 1882, 18 décembre (*Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des Sciences*). — Études chimiques sur le maïs à différentes époques de sa végétation.

36. 1882, 26 décembre (*Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des Sciences*). — Études chimiques sur le maïs à différentes époques de sa végétation.

37. 1883, 15 janvier (*Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des Sciences*). — Études chimiques sur le maïs à différentes époques de sa végétation.

38. 1883, avril (*Sous presse un volume*). — Guide théorique et pratique de l'application de l'osmose dans les industries du sucre.

39. 1883, avril (*Sous presse un volume*). — Étude historique, chimique et industrielle de la mélasse dans la fabrication et le raffinage des sucres de betteraves et de cannes.



CHAPITRE PREMIER.

Étude historique et critique des différents procédés d'analyse chimique ayant pour but la détermination et le dosage des différents sucres dans les matières sucrées et de leur influence sur les progrès réalisés dans la fabrication et le raffinage des sucres de betterave et de canne.

Ire PARTIE.

§ 1er.

DES PREMIERS PROCÉDÉS EMPLOYÉS DANS L'ANALYSE DES MATIÈRES SUCRÉES SANS DOSAGE DU SUCRE.

Il est impossible de préciser l'époque où l'analyse chimique a été appliquée aux matières sucrées; on peut admettre *à priori* que l'analyse a dû précéder la fabrication du sucre. En effet, pour chercher à extraire le sucre d'une matière quelconque, il a fallu d'abord constater que cette matière contenait du sucre, et que ce sucre était identique avec celui qu'exigeaient le commerce et la consommation.

Cette assertion est vraie au moins pour la fabrication du sucre avec la betterave, dans laquelle la découverte du sucre cristallisable et son extraction par l'analyse ont été faites cinquante années avant les premiers essais pour sa fabrication.

Pour le sucre provenant de la canne, son extraction remonte à une époque très éloignée, où les procédés d'analyse n'étaient pas connus, et il est très probable que

le premier moyen employé pour en déceler la présence dans la canne à sucre a été sa saveur sucrée (1).

Puis on observa que, dans certaines circonstances, le jus sorti de la canne par accident, en se desséchant au soleil, formait une espèce de sel beaucoup plus sucré que le jus lui-même, et l'on arriva, par des observations successives, à la fabrication du sucre de canne, en remplaçant la chaleur du soleil par l'évaporation du jus, au moyen de la chaleur dégagée par un combustible, jusqu'à la cristallisation (2).

C'est là, certes, le premier cas de l'introduction de l'analyse dans la fabrication du sucre de canne, et, en effet, la fabrication du sucre dans ces conditions n'est autre qu'un moyen d'analyse par évaporation et cristallisation du jus extrait de la canne à sucre.

La naissance de la fabrication du sucre de betteraves participe d'une manière beaucoup plus directe de l'analyse chimique. La saveur de la betterave n'aurait certainement pas suffi, comme la saveur de la canne, pour y déceler la présence du sucre, et, d'ailleurs, ce caractère n'aurait pas été suffisant pour établir l'identité du sucre contenu dans cette racine avec le sucre extrait de la canne qui se trouvait alors abondamment dans le commerce;

(1) Il est bien certain que les anciens ont connu le sucre, mais les auteurs du commencement de notre ère, tels que Strabon, Lucain, nés dans le siècle, en parlent et le décrivent toujours à l'état mielleux; témoin ce vers de Lucain :

« *Quique bibunt tenere dulces ab arundine succos.* »

Il en est de même des auteurs leurs contemporains : Sénèque, Pline, Dioscoride, et même Galien, né en 232 de notre ère, ne paraît pas avoir connu le sucre concret.

(2) Le célèbre médecin arabe Avicennes, qui vivait vers l'an 1000 de notre ère, le décrit sous le nom de *Sacchar arundineum*, et dit qu'il coule des cannes et se trouve dessus, sous la forme *de sel.*

Dans le *Manuel mercantile* de Pegoletti, qui vivait vers 1340, on rencontre plusieurs fois la mention *Zucchero di Banbellania*, sucre de Babylone, mais de la Babylone égyptienne, qui est le Caire actuel.

En 1506, la canne à sucre fut portée des Indes à Saint-Domingue, par Pierre Detiença. Michel Ballestro passe pour être le premier qui en ait exprimé le suc, et Gonzala de Veslosa, le premier qui en a extrait le sucre. (Chaptal, *Chimie appliquée aux arts*, p. 448, tome 2, 1807).

c'est par l'analyse chimique que Margraff, célèbre chimiste de l'Académie de Berlin, découvrit, en 1747, dans la betterave, un suc cristallisable tout à fait identique au sucre extrait de la canne.

Voici le procédé d'analyse employé par Margraff, tel qu'il le décrit lui-même :

« J'ai pris des racines de bette blanche, coupées en « pièces rondes, et je les ai fait sécher, mais avec pré- « caution, afin qu'elles ne prissent point une odeur em- « pyreumatique ; je les ai ensuite réduites en une poudre « grossière ; j'ai pris huit onces de cette poudre grossière « et desséchée, pendant qu'elle était encore chaude, et « les ai mises dans un verre que l'on pouvait boucher ; « j'y ai versé seize onces d'esprit-de-vin le plus rectifié, « et qui allume la poudre à canon ; par ce moyen, le « verre s'est trouvé plus d'à moitié plein, et l'ayant légè- « rement fermé avec un bouchon de liège, je l'ai mis à « la digestion au feu de sable, poussé jusqu'à l'ébullition « de l'esprit-de-vin, et, en remuant de temps en temps la « poudre qui allait au fond pendant la digestion, je l'ai « mêlée de nouveau avec la liqueur.

« Aussitôt que l'esprit-de-vin a commencé à bouillir, « j'ai retiré le verre du feu, et j'ai versé tout le mélange, « avec autant de promptitude qu'il était possible, dans « un petit sac de toile, d'où j'ai fortement exprimé le « liquide qui y était contenu. J'ai filtré cette liqueur « exprimée encore chaude, j'ai versé la filtration dans « un verre à fond plat ; j'ai mis au verre un bouchon de « liège, et l'ai gardé dans un endroit tempéré. D'abord « l'esprit-de-vin y est devenu trouble, et, au bout de « quelques semaines, il s'est formé un sel cristallin, « pourvu de toutes les marques caractéristiques du sucre « médiocrement pur et rempli de cristaux durs. J'ai dis- « sous de nouveau ces cristaux dans l'esprit-de-vin, et « l'on peut procéder à leur dépuration par cristallisation. « C'est donc là l'expérience capitale, puisque c'est par « son moyen qu'on peut mettre à l'épreuve toutes les « parties des plantes dans lesquelles on soupçonne qu'il y

« a du sucre renfermé, et desquelles on voudrait séparer
« ce sucre.

« En suivant la route que je viens de tracer, j'ai tiré, « d'une demi-livre de racines de bette blanche desséchées, une demi-once de sucre pur (1). »

La découverte de Margraff resta longtemps exclusivement dans le domaine de la science; ce ne fut que quarante années plus tard qu' « Achard, chimiste également « de Berlin, un des élèves de Margraff, et son successeur « comme directeur de l'Académie de Berlin (2), reprit les « travaux de son maître et tenta, pour la première fois, la « réalisation de la fabrication du sucre de betteraves. »

Les différentes analyses faites depuis cette époque, jusqu'en 1825 et même plus tard, dans le but de rechercher la présence du sucre, furent basées sur le procédé de Margraff : l'emploi de l'alcool.

Le premier travail d'analyse et le plus complet qui ait été fait sur la composition chimique de la betterave à sucre est dû à Dubrunfaut; qui le publia en 1825 dans son ouvrage *l'Art de fabriquer le sucre de betteraves.*

Je vais reproduire ici textuellement ce travail, non seulement dans le but de faire connaître d'une manière générale les travaux d'analyse exécutés depuis Margraff, mais encore et surtout parce que ce travail renferme un premier exemple de l'application des résultats de l'analyse chimique, telle que nous la comprenons, à la pratique et à la théorie d'une des opérations les plus importantes de la fabrication du sucre de betteraves (la défécation), et qu'elle a fourni le point de départ et la base d'une nouvelle industrie : la distillation de la betterave (3).

(1) Margraff, *Opuscules chimiques*, 8e dissertation, p. 218, année 1762.

(2) Scheibler, *Rapport sur l'industrie du sucre de betterave, à l'Exposition de Vienne*, *Moniteur scientifique*, du docteur Querneville, année 1877.

(3) Il est d'autant plus utile de reproduire l'essai d'analyse de la betterave de Dubrunfaut, que son ouvrage, *l'Art de fabriquer le sucre de betterave*, n'existe plus en librairie. L'édition en est depuis longtemps épuisée, et les derniers exemplaires se sont vendus à un prix vingt fois plus élevé que le prix primitif.

I. — *Essai d'analyse de la betterave et application de ses résultats à la théorie de la défécation* (1).

« Déjà depuis très longtemps la betterave a été l'objet « de nombreuses recherches de la part des chimistes et « des manufacturiers, et depuis Margraff, à qui nous « devons la découverte, dans cette racine, d'une matière « critallisable identique avec celle de la canne, beaucoup « de savants distingués se sont occupés de travaux sur la « betterave; parmi ces derniers, en effet, on peut citer « MM. Hermstædt, Lampadius, Deyeux, Achard, Chap- « tal, de Dombasle, etc.

« Les travaux de ces savants ont été dirigés particu- « lièrement vers la recherche des meilleurs moyens à « employer pour exploiter en grand la découverte de « Margraff.

« Il est à regretter qu'aucun des chimistes habiles que « je viens d'énumérer n'ait pris, pour résoudre le pro- « blème qu'ils étudiaient, la route la plus natûrelle et la « seule qui pût peut-être conduire à une solution positive. « Et, en effet, pouvait-on espérer de diriger convenable- « ment l'emploi des agents propres à isoler le sucre cris- « tallisé des matériaux immédiats avec lesquels il est « mélangé ou combiné dans la betterave, aussi longtemps « que ces matériaux seraient demeurés inconnus. Il est « vrai que l'analyse organique est la branche chimique « la plus faible, la plus délicate à manier, et celle qui « présente le plus de difficultés dans les recherches et « d'incertitude dans les résultats; et nous devons sans « doute attribuer à cet écueil de la science l'ignorance « où nous sommes encore aujourd'hui sur la composition « chimique de la betterave.

« Il eût été à désirer, sous ce rapport, dans l'intérêt de « la fabrication du sucre de betteraves, que l'un de ces « savants, peu nombreux, qui exploitent et ont exploité

(1) *Art de fabriquer le sucre de betterave*, 1825, p, 535.

« avec succès le domaine de l'analyse immédiate, eût
« appliqué ses recherches à la betterave, et nul doute
« que l'art d'extraire le sucre de cette racine n'en eût
« reçu des lumières fécondes.

« Occupé depuis longtemps de sucre de betteraves
« dans les ateliers, j'avais souvent regretté de ne point
« avoir sur cette racine une analyse chimique qui pût
« éclairer mes expériences et les améliorations dont je
« m'occupais. Cette année, enfin, dégoûté de travailler
« sans guide, je résolus et me trouvai en mesure de faire
« quelques recherches de laboratoire sur la betterave, en
« dirigeant surtout ces recherches vers les résultats utiles
« à connaître en manufacture. Je ne donnerai donc point
« mes résultats comme une analyse chimique immédiate
« qui fasse connaître exactement tous les matériaux im-
« médiats de cette racine; mais je pense que les résultats
« sont déjà assez caractérisés pour pouvoir être de quel-
« que utilité à l'explication des phénomènes qui se pro-
« duisent dans la fabrication du sucre de betteraves, et
« pour jeter quelque jour nouveau sur ses opérations.

« La betterave, dans l'état où la fournit le sol, essayée
« par les réactifs colorés, a un caractère acide très
« faible.

« Coupée par tranches et abandonné à l'air, elle ne
« tarde pas à se colorer en noir, et cette couleur est
« d'autant plus intense et se produit avec d'autant plus
« de rapidité que la betterave est plus aqueuse, qu'elle
« est exposée à une température plus élevée et qu'elle
« est plus fraîchement récoltée. En effet, cinq à six mois
« après la récolte, elle ne se colore plus sensiblement à
« l'air, surtout si elle a été un peu desséchée pendant sa
« conservation.

« Ce dernier phénomène est subordonné au dévelop-
« pement d'un acide qui se forme pendant la conserve.

« Les mêmes phénomènes qui se produisent dans la
« betterave coupée par tranches se reproduisent avec
« plus d'énergie lorsqu'elle est divisée par la râpe.

« Il était naturel de penser que cette coloration de la

« pulpe dépendait d'une action de l'air; et, en effet, si « l'on réunit cette pulpe dans un tube étroit en verre et « qu'on l'y enfonce, on verra que la surface commencera « à se colorer et que la couleur marchera ainsi de la sur- « face au fond du tube.

« Si l'on place cette pulpe, ou seulement des tranches « de betteraves, sous une cloche sur le mercure, on re- « marquera une absorption qui va en croissant pendant « deux ou trois jours pour une température de 12° à 13° « centésimaux et qui est alors au maximum de 5/100; « mais, après cette époque, l'absorption cesse, et il y a « au contraire dégagement de gaz.

« L'air analysé au moment où le dégagement commen- « çait contenait 11/100 d'acide carbonique et 16/100 « d'oxygène. Tout l'acide carbonique produit dans cette « expérience a donc pu l'être au détriment du végétal « sans le concours de 5/100 d'oxygène absorbés. Il est « probable, en effet, que ces 5/100 d'oxygène ont con- « couru à créer la matière noire avec l'un des matériaux « immédiats du jus.

« La même pulpe mélangée avec un peu d'eau de « chaux et placée sous une cloche a donné une absorp- « tion moins grande que dans l'expérience précédente, et « la pulpe s'est aussi moins colorée.

« Si l'on remplace la chaux par de l'acide sulfurique « très étendu d'eau, l'absorption devient presque nulle, « et il n'y a plus de coloration ni de formation d'acide « carbonique. Les acides tartrique, oxalique, citrique, « nitrique, et probablement d'autres, ont aussi la pro- « priété de préserver la pulpe de betteraves de la colora- « tion. L'acide acétique, suivant une observation qui m'a « été communiquée par M. Payen, ne jouit pas de cette « propriété.

« Cette faculté qu'ont plusieurs acides de préserver la « pulpe de betteraves de la coloration par l'absorption de « l'oxygène s'étend à beaucoup de fruits. Les poires et « les pommes, même lorsqu'elles sont acides, se colorent « en jaune à l'air; il n'en n'est plus de même si on les

« recouvre d'un peu d'eau acidulée par l'acide sulfu-
« rique. On peut augurer par là que l'acide malique, qui
« se trouve dans les poires et les pommes, ne participe
« point, de même que l'acide acétique, de la propriété
« des acides sulfurique, nitrique, etc.

« On peut expliquer par ces expériences comment des
« betteraves conservées finissent par ne plus se colorer à
« l'air : c'est qu'alors il se développe un acide qui reste
« libre et les préserve de cette altération.

« Tous les phénomènes qui se produisent dans la
« pulpe de betteraves, soit seule, soit mélangée avec les
« alcalis ou les acides, se reproduisent encore dans le jus
« isolé.

« Ainsi ce jus abandonné à lui-même noircit; s'il est
« mélangé à un peu de chaux, il noircit moins, et les
« acides sulfurique, etc., le préservent de la coloration.

« Si l'on abandonne le jus à lui-même, non seulement
« il se colore en noir, mais encore il donne un précipité
« noirâtre, et ne tarde pas, s'il est sous l'influence d'une
« température de 15° à 18° centésimaux, à subir une
« altération plus remarquable : il se transforme alors en
« une masse glaireuse, et filante comme du blanc d'œuf.
« Cette matière, qui peut être séparée par l'alcool, a
« alors l'aspect d'une membrane; elle peut s'allonger
« comme le caoutchouc; mais, lorsqu'elle n'est plus hu-
« mectée par l'alcool, elle adhère au doigt et à tous les
« corps qu'on lui présente, comme la glu. Desséchée,
« elle a un aspect corné et une teinte verdâtre; elle peut
« se redissoudre dans l'eau et former avec elle une es-
« pèce de liquide mucilagineux fade et insipide qui a une
« teinte laiteuse et qui est filant quand il est un peu con-
« centré. Elle donne seulement des acides malique et
« oxalique par l'acide nitrique et la chaleur. Traitée par
« le feu, elle donne un peu de sous-carbonate d'am-
« moniaque.

« Cependant, je ne crois pas que la matière glaireuse
« et filante formée dans la betterave soit de nature ani-
« male, car une matière semblable que j'ai recueillie

« d'une dissolution de sucre brut ne m'a donné aucune « trace d'ammoniaque. Il me paraît donc démontré par là « même que le glaireux ci-dessus, séparé par l'alcool, ne « m'a donné de l'ammoniaque que parce qu'il contenait « une matière animale, et sans doute aussi parce qu'il « contenait l'oxalate d'ammoniaque qui se trouve dans le « jus.

« Si l'on traite le jus de betteraves immédiatement « après le râpage et l'expression, par la chaleur, on en « sépare une matière floconneuse qui, réunie sur un « filtre, lavée et desséchée, présente une masse consis- « tante et noirâtre ; elle est insoluble dans l'eau et dans « l'alcool ; la potasse et la soude peuvent l'attaquer et la « dissoudre. Cette matière, traitée par le feu, donne « beaucoup de sous-carbonate d'ammoniaque. Elle est donc « de même nature que cette matière connue sous le nom « d'*albumine végétale*, à cause de la propriété qu'elle a, « de commun avec l'albumine animale, d'être coagulable « par la chaleur et précipitable par l'alcool et les acides. « Au reste, cette matière est peut-être complexe : elle est « précipitable par les acides ; elle ne l'est que peu ou « point par la chaux.

« Le jus brut précipite aussi l'albumine par le chlore « et la dissolution aqueuse de noix de galle.

« Le jus séparé de l'albumine par la chaleur a une « teinte verdâtre qui est due à la combinaison de deux « couleurs : le jaune et le noir. Abandonné à lui-même, « il se transforme promptement en glaireux, ce qui « prouve que la chaleur ne sépare pas le principe de « cette décomposition. A la fermentation glaireuse suc- « cède une fermentation acéteuse, et le jus qui en ré- « sulte, mis à évaporer, donne des cristaux abondants « de mannite. Cela est conforme à beaucoup d'obser- « vations faites ou sur le jus de betteraves ou sur d'autres « sucs végétaux.

« Malgré sa teinte verdâtre, le jus chauffé et filtré est « cependant bien transparent.

« Traité dans cet état par les acides sulfurique, ni-

« trique, tartrique, etc., il donne un précipité léger, flo-
« conneux, d'une matière de nature animale, dans la-
« quelle l'acide n'est pas en combinaison. Cette matière a
« une teinte verdâtre et laiteuse ; elle est au contraire
« transparente quand elle est sèche. C'est, d'après
« M. Chevreuil, un caractère des matières azotées. Le
« liquide, séparé de cette matière, passe du vert au jaune
« faible, et il peut être abandonné indéfiniment à lui-
« même sans subir la fermentation glaireuse ; il ne donne
« plus de mannite par l'évaporation. Cette matière, sur
« laquelle je me propose de faire de nouvelles recherches,
« est bien certainement le levain de la fermentation glai-
« reuse ; elle forme avec la chaux un sous-sel soluble et
« un sel neutre insoluble ; avec la potasse, la soude et
« l'ammoniaque, elle donne des sels solubles.

« Ce fait explique pourquoi, lorsqu'on traite les jus de
« betteraves par un excès de chaux, on obtient un liquide
« qui ne peut plus passer au glaireux et se trouve bien
« décoloré, tandis que le contraire arrive quand on em-
« ploie peu de chaux.

« Le jus de betteraves séparé de l'albumine par la
« chaleur donne encore des précipités par les réactifs
« suivants :

« 1° Avec la chaux et la baryte, un précipité abondant
« d'oxalate de ces bases ;

« 2° Avec le nitrate d'argent, un précipité formé de
« beaucoup de nitrate d'argent et d'un peu de chlorure ;

« 3° Avec l'hydrochlorate de chaux, un précipité d'oxa-
« late de chaux ;

« 4° Avec le sulfate de cuivre, un précipité d'oxalate
« de cuivre insoluble dans l'acide sulfurique ;

« 5° Avec l'acétate et le sous-acétate de plomb, un
« précipité très volumineux d'oxalate de plomb et de tous
« les matériaux de la betterave autres que le sucre, com-
« binés avec le plomb ;

« 6° Avec l'acide tartrique, un tartrate acide de po-
« tasse assez abondant ;

« 7° Avec l'hydrochlorate de platine, un hydrochlo-

« rate double de platine et d'ammoniaque d'où la potasse
« dégage l'ammoniaque.

« 8° Avec la potasse et la soude, il ne donne qu'un
« précipité très faible.

« Il ne précipite pas du tout par l'ammoniaque ; et un
« fait, qui m'étonne beaucoup, c'est qu'il en est de même
« avec le perchlorure de mercure.

« Comme l'acide sulfurique est, avec la chaux, le seul
« réactif employé dans la fabrication du sucre pour dé-
« féquer, je voulus reconnaître exactement l'action de cet
« agent et l'influence de ses proportions sur le poids des
« précipités. A cet effet, je traitai : 1° un décilitre de
« jus brut par 2 grammes de cet acide ; 2° un autre
« décilitre par 3 grammes ; 3° puis un troisième par
« 4 grammes.

« Ces trois expériences furent faites à froid, et j'obtins
« des précipités légers et floconneux qui se rassemblèrent
« mieux dans l'expérience où il y avait 4 grammes
« d'acide. Ce fut aussi le jus de cette expérience qui se
« sépara le plus rapidement à la filtration.

« Au reste, les précipités lavés, séchés et pesés, avaient
« sensiblement tous les trois le même poids de 0gr,48. Le
« précipité d'une même quantité de jus traité par la cha-
« leur seule ne me donna que 0gr,40. Cette différence
« provient de la matière animale que la chaleur ne préci-
« pite pas, et qui sert de levain à la fermentation vis-
« queuse.

« Le précipité du jus par l'acide sulfurique ne se
« forme pas par suite d'une combinaison avec cet acide ;
« je l'ai essayé par les réactifs, et j'ai reconnu qu'il ne
« contenait pas du tout d'acide sulfurique.

« Les acides nitrique, tartrique, etc., déterminent dans
« le jus des précipités pareils. Ces précipités contiennent
« du soufre libre ou faiblement combiné : on le reconnaît
« facilement en le brûlant sur une lame d'argent.

« Ces mêmes précipités, lavés et traités à chaud par
« l'alcool, donnent deux matières grasses dont une solide
« et l'autre liquide. La matière solide est celle que

« M. Chaptal a retirée des écumes de la défécation par « l'alcool et qu'il a signalée comme étant analogue à la « cire.

« La matière grasse liquide rancit très vite à l'air et « donne l'odeur des huiles végétales qui ont subi cette « altération.

« Un fait très remarquable des acides sulfurique, tar- « trique et oxalique sur les jus de betteraves, c'est que « si l'on place ce jus ainsi traité à une température favo- « rable à la fermentation alcoolique, il entre de suite « avec une grande énergie dans cette fermentation, tan- « dis qu'il se serait noirci et transformé en glaireux « à cette même température sans le concours de l'acide.

« Ce qui n'est pas moins remarquable dans ce fait, « c'est que la masse liquide se recouvre d'un chapeau de « levûre qui a exactement l'aspect, l'odeur et la saveur « de la levûre de bière, et qui peut, comme celle-ci, « servir de levain très énergique pour d'autres fermen- « tations. On pourrait utiliser avec succès ce moyen, si « l'on voulait transformer le jus de betterave en alcool; « et on sent que l'avantage de ce procédé consisterait à « procurer une très belle fermentation alcoolique dans le « jus sans l'emploi de la levûre (1).

« Si l'on traite le jus de betterave par la chaux en « excès et par la chaleur, il est décoloré et il se forme un « précipité abondant. Ce précipité, séparé par le filtre, « lavé et séché, a l'aspect terreux; il est d'un gris blanc « et opaque; tandis que le précipité fourni par l'acide « sulfurique a, dans son état de dessication, l'aspect « corné et gélatineux. Il donne au feu du sous-carbonate

(1) Cette simple mais complète observation de Dubrunfaut, de l'action de l'acide sulfurique sur le jus de betterave a eu des conséquences industrielles considérables: elle a servi de point de départ et de base à une grande industrie, la distillation de la betterave, créée, 27 ans plus tard par Dubrunfaut, dans les fabriques de sucre de betterave.

Cette industrie se répandit avec une grande rapidité, pendant les années 1853, 1854 et 1855, sous l'influence des prix élevés de l'alcool de vin, occasionnés par les ravages causés dans les vignes par l'oïdium.

« d'ammoniaque; incinéré, on retrouve dans ses cendres
« beaucoup de carbonate de chaux, ce qui prouve que la
« chaux est entrée en combinaison.

« Si l'on traite le jus brut par le sous-acétate de plomb
« jusqu'à ce qu'il ne précipite plus par cet agent, on
« obtient un magma épais qu'on peut cependant filtrer
« avec beaucoup de facilité; mais dans ce cas le dépôt
« occupe au moins la moitié du jus rendu et le liquide
« est fortement alcalin.

« Si on lave ce dépôt à froid et à chaud, qu'on réu-
« nisse ces eaux de lavage au jus, qu'on traite le tout par
« un courant d'hydrogène sulfuré, qu'on fasse évaporer
« la liqueur, on trouve dans celle-ci, par les réactifs, de
« l'acide acétique, de l'ammoniaque, de la potasse et des
« sucres cristallisable et incristallisable. On remarque,
« de plus, que le sucre cristallisable se forme lentement
« et péniblement : cela tient aux acétates de potasse et
« d'ammoniaque qui se trouvent dans la liqueur et qui lui
« donnent une grande déliquescence.

« Si l'on traite le dépôt lavé à froid et à chaud, par un
« courant d'hydrogène sulfuré, on obtient un liquide in-
« colore qui, évaporé, donne de l'acide acétique et une
« cristallisation abondante d'acide oxalique. (1) On peut
« conclure de là que la potasse et l'ammoniaque qui se
« trouvent dans le jus de betteraves y sont combinés
« avec l'acide oxalique.

« Ainsi on peut, à l'aide de ce fait, concevoir comment,
« après un traitement du jus de betteraves par la chaux,
« la potasse et l'ammoniaque combinés avec l'acide oxa-
« lique deviennent libres dans la liqueur.

« Les diverses espèces de betteraves que j'ai obser-
« vées m'ont présenté constamment une grande quantité
« d'acide oxalique. On avait considéré jusqu'à présent

(1) Il y a, en outre, dans ce liquide, un acide incristallisable qui doit être l'acide libre de la betterave ; ce n'est ni de l'acide tartrique, ni de l'acide malique, ni de l'acide citrique. Je me propose de répéter ces expériences, afin de rechercher la nature de cet acide. Il donne, avec la chaux, un précipité soluble dans l'acide acétique.

« l'existence des sels dans la betterave comme peu im-
« portante et inutile à prendre en considération. L'exis-
« tence de l'acide oxalique prouve que cela n'est point
« et que la chaux qui est employée comme agent défé-
« quant exerce une action sur les sels de la betterave,
« puisqu'elle leur enlève cet acide.

« M. Crespel, d'Arras, m'avait donné l'année dernière
« un précipité formé dans ses chaudières évaporatoires ;
« j'ai analysé ce précipité.

« Il était très dur sous forme de couches cristallines de
« couleur brune et difficile à pulvériser.

« Traité par l'eau, il lui donne une propriété alcaline
« que j'ai reconnue être due à des sous-carbonates de
« potasse.

« En le traitant par l'acide hydrochlorique, j'ai séparé
« une matière animale jaune foncé qui me paraît être la
« cause de la couleur du précipité.

« Au reste, je reconnus que le précipité était formé
« d'une grande quantité d'oxalate de chaux et de sulfate
« de chaux, d'un peu de sulfate d'ammoniaque, de sous-
« carbonate de potasse et de matière animale colorée en
« jaune.

« L'oxalate de chaux était bien certainement retenu en
« dissolution dans le jus où il s'est précipité par évapo-
« ration, à l'aide de la potasse que l'acide sulfurique
« ajouté n'avait pas neutralisée entièrement ; et c'est cette
« potasse qui s'était transformée en carbonate que j'ai
« retrouvée dans le même précipité.

« 45 grammes de betterave humide se sont réduits
« par dessiccation à 7,5 et par incinération à 0 gr,49 cen-
« tigrammes.

« Ces cendres étaient composées de sous-carbonate de
« potasse, de phosphate de chaux, de muriate et de
« sulfate de potasse, de silice, d'alumine et de traces
« d'oxyde de fer et de manganèse.

« La pulpe de la betterave distillée avec de l'eau four-
« nit un liquide qui précipite faiblement l'hydrochlorate
« d'or et qui a l'odeur particulière de la betterave.

« L'odeur est donc combinée dans cette racine avec une « huile essentielle.

« Le principe colorant varie dans les betteraves avec « les espèces : il est ou jaune, ou rouge, ou rosé, ou « violet. Quelle que soit sa couleur, il est toujours so- « luble dans l'eau, dans l'alcool et dans la potasse. Cette « dernière finit par l'altérer.

« Je traitai 1 décilitre de jus pesant 6° 1/2 à l'aréo- « mètre de Baumé, par l'alcool à 40°; le liquide se troubla « fortement et je continuai d'ajouter de l'alcool jusqu'à « ce qu'il ne se précipitât plus rien; alors je filtrai.

« J'obtins un précipité verdâtre, semblable à celui que « l'on sépare par la chaleur et les acides : c'était donc « une espèce d'albumine.

« Le liquide alcoolique obtenu avait une teinte verdâ- « tre, quoiqu'il fût bien limpide, je le mis à évaporer. « Lorsqu'il fut réduit aux 6/10 de son volume, il se trou- « bla; je le laissai alors refroidir, puis je le filtrai; j'en « séparai ainsi une matière légère et tremblante analogue « à la gelée.

« Le liquide fut de nouveau mis à évaporer et concen- « tré jusqu'en consistance sirupeuse; alors je le laissai « refroidir, puis je le traitai par l'alcool à 38°. J'en sépa- « rai ainsi toute la matière sucrée, et il me resta, après « des traitements alcooliques très multipliés, une masse « grise et dure qui ne rendait plus rien à l'alcool.

« Le liquide alcoolique fut mis à évaporer; il avait « une teinte légèrement ambrée, et lorsqu'il fut en con- « sistance sirupeuse, je le mis à l'étuve pour le faire « cristalliser.

« J'obtins ainsi au bout de trois jours une cristallisa- « tion abondante et nerveuse d'un beau sucre candi, qui, « séparé des eaux mères et lavé par l'alcool pesait 5gr,11 « centigrammes.

« L'eau mère mise de nouveau à cristalliser, m'a en- « core fourni au bout de quelques jours 0gr,85 de beaux « cristaux de sucre. L'eau mère contenait encore du « sucre après ces deux cristallisations; mais je ne le sé-

« parai pas, à cause des difficultés que cela présente « quand on opère sur de petites masses, et j'évaluai « qu'elle pouvait encore en contenir $0^{gr},61$, ce qui donne « un ensemble de $6^{gr},75$; cela fait donc 4 1/2 p. 100 « de sucre pris le poids des racines, en évaluant le jus « retiré à 70 p. 100.

« L'eau mère avait une saveur très amère ; traitée par « l'éther, elle donna une résine verte et amère, mais en « petite quantité.

« La matière grise séparée du sucre par les traite- « ments alcooliques se liquéfiait à l'air, et prenait alors « une teinte vert cul de bouteille ; sa saveur n'était plus « sucrée, mais elle était sensiblement salée. Elle con- « tenait tout l'oxalate d'ammoniaque du jus ; et cela « doit être, puisque cet oxalate est insoluble dans l'al- « cool.

« J'étendis cette matière d'eau, et je la traitai par un « peu de potasse pour en chasser l'ammoniaque ; puis je « la concentrai : j'obtins ainsi un extrait verdâtre qui, « desséché complètement, est transparent, dur et cassant « comme la gomme ; il est soluble dans l'eau, insoluble « dans l'alcool, auquel il ne donne rien, même à chaud ; « il ne rend rien non plus à l'éther.

« Sa dissolution dans l'eau n'est pas précipitée par les « acides ; elle ne l'est pas non plus par la soude, la po- « tasse et l'ammoniaque ; mais elle l'est fortement par la « chaux, lors même qu'on a décomposé doublement « l'oxalate de potasse qu'elle retient par l'hydrochlorate « de chaux.

« Cette matière sèche, traitée par l'acide nitrique, s'y « dissout à froid, et, par la chaleur, cette dissolution ne « donne pas d'acide mucique. Ce n'est donc qu'une ma- « tière analogue à la gomme.

« La matière seule, exposée au feu, se boursoufle, « donne un charbon volumineux et brillant, mais peu « d'ammoniaque.

« Cette matière n'est probablement pas simple ; mais « elle est certainement de nature végétale, et c'est elle

« qui est en partie précipitée par la chaux dans l'opéra-
« tion de la défécation.

« Les traitements alcooliques que je viens de donner « offrent un moyen de séparer, en quelque sorte, les « sucres des autres matériaux de la betterave, et d'esti- « mer ainsi sa valeur vénale.

« On pourrait encore procéder autrement à cette re- « cherche : ce serait de peser une certaine quantité de « racines, 200 ou 300 grammes, par exemple, de les « couper par tranches minces ; de faire sécher ces raci- « nes, de les pulvériser, puis de les épuiser par de l'al- « cool à 33° bouillant. Par ce moyen, on recueillerait « tout le sucre dans l'alcool, qui, concentré et cristallisé, « donnerait toute la matière cristallisable contenue dans « le fruit essayé. Ce moyen, qui peut être facilement « pratiqué par les manufacturiers intelligents, pourrait « leur être utile dans une foule de circonstances.

« En résumant les divers résultats analytiques que « nous venons de présenter, on pourra établir de la ma- « nière suivante la composition de la betterave :

« 1° Eau ;

« 2° Parenchyme ligneux ;

« 3° Sucre cristallisable, identique avec le sucre de « canne ;

« 4° Sucre liquide ou incristallisable ;

« 5° Albumine végétale colorée ;

« 6° Gelée ;

« 7° Matière azotée noire, précipitable par les acides « et déterminant la décomposition du sucre en glaireux ;

« 8° Une matière grasse solide à la température ordi- « naire ;

« 9° Une huile fixe ;

« 10° Une huile essentielle ;

« 11° Une résine verte, amère ;

« 12° Une matière gommeuse ;

« 13° Un ou deux principes colorants, jaunes et « rouges ;

« 14° Un acide libre, dont la nature n'a pas été déter-

« minée; il se développe dans les conserves et préserve
« la racine coupée de l'altération qui se manifeste dans
« la racine fraîche par une couleur noire;

« 15° De l'oxalate d'ammoniaque;
« 16° De l'oxalate de potasse;
« 17° De l'oxalate de chaux;
« 18° De l'hydrochlorate d'ammoniaque;
« 19° Du sulfate et du phosphate de potasse;
« 20° De la silice;
« 21° De l'alumine;
« 22° Des traces d'oxyde de fer et de manganèse;
« 23° Des traces de soufre.

« Le nombre des matériaux immédiats de la betterave « est sans doute plus considérable que ne l'indique cet « essai d'analyse, et, dans cette hypothèse, les matériaux « que j'ai présentés comme simples seraient composés. « Quoi qu'il en soit, d'ailleurs, de cette conjecture pro- « bable, le changement qui en résulterait n'altérerait en « rien les applications qu'on peut tirer de cette analyse à « la théorie de la défécation du jus de betteraves, qui est « ici notre objet essentiel.

« Ainsi, par exemple, que l'albumine végétale soit « simple ou composée, elle sera toujours coagulée par la « chaleur et précipitée par les acides et par l'alcool.

« Le levain de la fermentation visqueuse est aussi une « matière simple ou un composé de matériaux suscepti- « bles d'être précipités par les acides et par un excès de « chaux.

« La matière gommeuse est précipitable par la chaux, « et point par les acides, etc., etc.

« En s'enveloppant enfin des résultats de cette analyse « pour juger les opérations de défécation, et reconnaître « les améliorations dont elles seraient susceptibles, on « arrive aux conséquences suivantes :

« 1° On reconnaîtra que la défécation à la chaux seule « met de la potasse en liberté dans le jus, et que, sous « ce rapport, cette méthode est très vicieuse, parce que « celle-ci altère une partie du sucre cristallisable;

« 2° On reconnaîtra qu'il est très utile d'ajoutèr de l'acide
« sulfurique après avoir déféqué à la chaux pour neutra-
« liser l'alcali;

« 3° On reconnaîtra encore que le procédé d'Achard,
« qui résulte de l'emploi successif à froid : 1° de l'acide
« sulfurique, et 2° de la chaux, doit être bien préférable
« aux autres, puisqu'il réunit, sans inconvénients aucuns,
« l'action de deux agents qui ont une fonction chimique
« différente, et qui séparent des matériaux immédiats
« différents. Ainsi, l'acide sulfurique employé d'abord à
« froid, dans le jus brut, en précipite l'albumine et la
« matière azotée qui colore le jus en vert, et il produit
« cette précipitation sans se combiner à ces matériaux,
« de sorte que, en employant immédiatement la chaux
« en petit excès, celle-ci ne redissout pas l'albumine, elle
« se combine avec l'acide oxalique des oxalates de po-
« tasse et d'ammoniaque qui sont transformés en sulfate,
« et elle agit, en outre, par le faible excès dans lequel
« on l'emploie et sur la matière gommeuse avec laquelle
« elle se combine, et sur l'acide sulfurique qui resterait
« libre dans la liqueur;

« 4° On pourra aussi s'assurer que dans le nombre
« des réactifs essayés, et qui exercent une action défé-
« quante sur le jus de betteraves, le sous-acétate de
« plomb serait le seul que l'économie permettrait d'em-
« ployer, si son action n'introduisait pas dans le jus des
« acétates très déliquescents qui rendent la cristallisation
« très pénible. Il est à regretter que cette circonstance,
« dépendante de la présence de la potasse et de l'ammo-
« niaque dans le jus de betteraves, exclue l'emploi du
« sous-acétate de plomb comme agent déféquant, car ce
« réactif est le seul connu qui soit susceptible d'isoler
« presque complètement les sucres de la betterave de
« toutes les matières étrangères auxquelles ils sont unis. »

Cette remarquable analyse de la betterave, faite dans le but d'éclairer les opérations de la fabrication, contient des renseignements précieux, non seulement au point

de vue de la théorie de la défécation, mais encore pour l'explication de la composition chimique variable des sirops et mélasses provenant des jus déféqués, et des difficultés qu'ils présentent dans les opérations qui suivent la défécation, c'est-à-dire dans l'évaporation et la cuite, comme on l'établira dans la suite de ce travail.

On a vu que, dans cette analyse, Dubrunfaut constate la présence d'une matière incolore dans la betterave, susceptible de se colorer en absorbant l'oxygène de l'air, et de nature, par ses propriétés, à contribuer à l'explication des réactions chimiques qui se produisent dans la racine de betteraves pendant sa végétation (1).

Pour constater la présence du sucre, Dubrunfaut a eu recours, dans cette analyse, au moyen indiqué par Margraff : la dissolution du sucre dans l'alcool et la cristallisation du sucre dans la dissolution alcoolique, mais en opérant sur le jus au lieu d'opérer sur la betterave elle-même, et y indiquait la présence du sucre cristallisable et du sucre incristallisable.

Dans la même année 1825, Payen publiait, de son côté, une analyse de la betterave à sucre,qui confirmait les résultats de l'analyse de Dubrunfaut à quelques différences près, dans la nature des sels; mais dans laquelle il constata, comme Dubrunfaut, la présence du sucre cristallisable et du sucre incristallisable. Le moyen d'analyse employé par Payen pour reconnaître la présence de ces sucres était également leur solubilité dans l'alcool et leur propriété de cristalliser.

Les méthodes d'analyse employées par Dubrunfaut et Payen étaient longues et difficiles à exécuter, et d'ailleurs ne pouvaient fournir, en l'absence de dosage, les indications suffisantes sur la richesse en sucre des matières sucrées et sur leur valeur relative dans la fabrication du sucre.

Une note publiée en 1830 par Dubrunfaut, ayant pour

(1) Voir le tome I[er] de la I[re] partie de cet ouvrage, chapitre IX.

titre : ***Sur les qualités de la betterave à sucre*** (1), fait connaître en ces termes les moyens employés alors dans le travail des sucres pour se rendre compte de la valeur des matières sucrées, et particulièrement de la betterave et de ses produits :

« Lors de l'introduction de la fabrication du sucre en « France, cette industrie fut tout à fait isolée de la cul- « ture, et la betterave devint une marchandise dont le « gouvernement encouragea et ordonna même souvent la « production. De là beaucoup de revers et de résultats « négatifs. L'expérience acquise depuis a fait entrevoir « aux fabricants l'influence de la variété de la betterave, « de l'état du sol et du mode de culture, sur les résultats « de la fabrication. Ces rapprochements, si utiles au pro- « grès de l'art, ne peuvent véritablement se rencontrer « que dans une sucrerie fondée comme annexe et auxi- « liaire d'une exploitation rurale. Dans ces derniers « temps, l'on a encore trop souvent dévié de cette route, « et les établissements qui ont pris cette direction ont « non seulement nui à leurs propres intérêts, mais ils ont « nui à l'industrie elle-même, en donnant un exemple « contagieux et des résultats décourageants.

« Si quelques fabricants expérimentés apprécient sans « pouvoir s'en rendre raison les influences dont il est ici « question, presque tous les nouveaux entrepreneurs s'in- « quiètent le plus souvent très peu de ces influences, ou « bien ils y attachent si peu d'importance qu'ils s'y arrê- « tent à peine quelques instants dans leurs combinaisons. « On se persuade enfin trop facilement qu'il suffit d'avoir « des betteraves pour faire du sucre et pour le faire avec « profit.

« L'insuffisance de nos moyens d'examen des qualités « des racines contribue aussi sans doute à entretenir chez « les entrepreneurs cette indifférence dangereuse. En « effet, le seul moyen d'investigation usité jusqu'à ce jour « se trouvait dans l'aréomètre, et l'on croyait que cet

(1) Dubrunfaut, *Agriculteur manufacturier*, tome Ier, p. 169; 1830.

« instrument pouvait accuser avec assez de précision la « richesse des racines; mais provisoirement il sera utile « de faire connaître les moyens qui sont à notre disposi- « tion pour procéder à cet examen. »

Après avoir démontré que l'aréomètre n'est pas suffisant pour déterminer la richesse en sucre de la betterave et sa valeur relative dans la fabrication du sucre par des raisons qui seront données dans le chapitre II de ce volume, Dubrunfaut indique plusieurs moyens d'y arriver, résultant tous d'observations fournies par la fabrication elle-même : soit la densité relative des jus et sirops, leur différence de volume sous la même densité, les températures différentes auxquelles se manifestent les caractères de la cuite, la densité comparative des sirops d'égout; enfin tous caractères tirés de la fabrication elle-même comme moyen de déterminer la valeur relative des betteraves dans la fabrication du sucre.

Il n'existait donc pas à cette époque, 1830, de moyen pratique de doser la quantité de sucre contenue dans les betteraves et autres matières sucrées.

Dubrunfaut, continuant ses études sur les matières sucrées et sur leur valeur relative dans la fabrication et le raffinage des sucres, admit cette hypothèse, que tout liquide qui s'écoule d'une masse sucrée contenant du sucre cristallisé est saturé de sucre, et que le sucre qu'il contient est en raison de la quantité d'eau qu'il renferme. Partant de cette base, qu'une partie d'eau à la température ordinaire dissout deux parties de sucre, il ne suffit plus que de déterminer la quantité d'eau contenue dans le liquide sucré, soit par exemple la mélasse, pour connaître la quantité de sucre qu'elle contient. L'analyse ayant démontré que la melasse à 44° Baumé, telle qu'elle s'écoule de la masse cuite cristallisée, contient 20 p. 100 d'eau, la melasse, d'après cette hypothèse, devait contenir 40 p. 100 de sucre cristallisable.

Dubrunfaut va plus loin : après avoir reconnu, par cette méthode, que la mélasse contient 40 p. 100 de sucre, il compare sa densité avec celle que donne une dissolution

saturée de sucre pur ; il trouve un excédent de densité qu'il attribue à des matières étrangères, qu'il désigne sous le nom de mucilage.

Cette méthode fournissait donc le moyen de doser les matières étrangères, le mucilage, le non-sucre ; Dubrunfaut en fait l'application à tous les jus et sirops en cours de fabrication et de raffinage.

Je donnerai, dans le IIe chapitre de ce volume, des détails plus complets sur la méthode Dubrunfaut de dosage des matières étrangères, qui a servi de point de départ et de base au saccharlmètre de Balling et de Brix.

§ 2.

DES PROCÉDÉS D'ANALYSE ET DE DOSAGE DU SUCRE DANS LES MATIÈRES SACCHARIFÈRES (MATIÈRES SUCRÉES).

On a vu dans le paragraphe précédent quels étaient, jusqu'en 1831, les procédés employés dans la fabrication et le raffinage des sucres pour se rendre compte de la valeur relative, au point de vue du sucre, des différentes matières sucrées.

En 1832, c'est-à-dire deux années plus tard, Pelouze présentait à l'Académie des sciences un mémoire ayant pour titre : ***Expériences chimiques sur la betterave***, dans lequel il recommande et emploie un nouveau procédé de dosage du sucre (1).

« Jusqu'à présent, dit Pelouze dans son Mémoire, on « a vainement cherché un procédé exact pour la déter- « mination des quantités de sucre contenues dans la bet- « terave, et il a été par conséquent impossible de fournir « aux fabricants des données sur lesquelles ils puissent se « fonder pour juger des qualités des racines qu'ils em- « ploient. On comprend facilement l'utilité d'un instru- « ment qui donnerait avec précision la richesse saccha- « rine d'une betterave ; avec son aide, rien ne serait plus

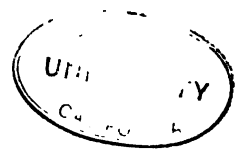
(1) *Agriculteur manufacturier*, tome III. 1831. Mai 1832, p. 294.

« facile que d'apprécier les qualités comparatives des dif-
« férentes variétés de betteraves et l'influence qu'exerce
« sur ces précieuses racines la nature du sol et des
« engrais.

« Le procédé que j'ai trouvé pour arriver à ce but est
« de la plus grande simplicité, et je n'ai pas besoin de
« dire qu'il est d'une extrême exactitude, puisqu'il est
« presque littéralement le même que celui que Gay-
« Lussac a fait connaître pour l'analyse des liquides spi-
« ritueux. Ce procédé, comme on le prévoit déjà, con-
« siste à transformer le sucre de la betterave en alcool et
« à mesurer la force de ce dernier au moyen de l'alcoo-
« lomètre centésimal.

« .... Pour avoir un point de départ sur lequel je
« puisse compter pour la détermination des quantités de
« sucre contenues dans la betterave, j'ai fait l'expérience
« suivante :

« J'ai desséché parfaitement au bain-marie du sucre
« candi très pur, en poudre fine; j'en ai dissous 35 gram-
« mes dans environ 450 grammes d'eau, à laquelle j'ai
« ajouté de la levûre de bière lavée, en quantité suffi-
« sante pour déterminer la transformation du sucre en
« alcool. Ce mélange a été introduit dans un flacon au-
« quel était adapté un tube recourbé plongeant dans le
« mercure. La température de ce flacon a été soutenue
« de 18° à 30° pendant quinze jours. Au bout de ce
« temps, le mercure remontant dans ce tube, j'ai regardé
« la fermentation comme terminée et introduit ma liqueur
« dans une cloche graduée, et avec l'eau de lavage du
« flacon j'ai obtenu un demi-litre de liquide spiritueux,
« dont j'ai soumis une partie à la distillation dans l'ap-
« pareil de Gay-Lussac; 3 volumes de cette liqueur
« m'ont donné un volume de liquide spiritueux, marquant
« à 15° centigrades 13°,5 centésimaux — $\frac{13,8}{3} = 4°,5$
« centièmes. 500 centimètres cubes de liqueur spiritueuse
« provenant de la fermentation de 35 grammes de sucre
« contiennent donc 4,5 × 5 ou 22,5 centimètres cubes



« d'alcool anhydre, et, par conséquent, 100 grammes de
« sucre en donneront 64$^{\text{cent. cub.}}$,28.

« Si 500 grammes de betteraves me donnent 64$^{\text{cent. cub.}}$,28 « d'alcool anhydre, ou un demi-litre de liqueur spiri- « tueuse marquant 4°,5 centésimaux, il y a évidem- « ment dans cette quantité de betterave 35 grammes « de sucre ou 7 p. 100. Je remarque que j'ai choisi à « dessein les quantités d'eau et de sucre indiquées ci-des- « sus, parce que c'est à peu près dans ce rapport qu'elles « se trouvent dans les betteraves. J'ai constamment opéré « sur 500 grammes de racine, et la manière qui m'a paru « la plus commode consiste à réduire la betterave en « pulpe très fine au moyen d'une petite râpe, à en expri- « mer fortement le suc avec une forte toile, et à épuiser « le résidu par des lavages et des compressions réitérées. « Le suc exprimé réuni aux eaux de lavage est introduit « avec une suffisante quantité de levûre de bière dans un « flacon disposé comme je l'ai indiqué ci-dessus. La fer- « mentation marche d'abord très vite, et elle est terminée « au bout de douze à quinze jours, si la température a « été suffisamment élevée, ce qu'on reconnaît à l'absorp- « tion du mercure dans le tube. On mesure exactement à « 15° le volume du liquide fermenté, et, pour en con- « naître la force alcoolique, on suit de point en point le « procédé employé par Gay-Lussac pour l'analyse des « vins et des esprits. Comparant ensuite la quantité d'al- « cool obtenue soit d'après son volume, soit d'après son « poids, avec celui qui est fourni par le sucre pur, on « arrive d'une manière très simple et très rigoureuse à la « connaissance de la richesse saccharine de la betterave « soumise à l'expérience. »

Ce dosage ainsi exécuté indiquait la quantité de sucre contenue dans la betterave, quelle que soit sa nature chimique. Il était nécessaire, et Pelouze le comprit, de déterminer s'il existait du sucre de raisin (glucose, sucre incristallisable), en même temps que du sucre cristallisable, dans la betterave. Pour faire cette détermination, Pelouze eut recours au procédé suivant :

« Une betterave blanche, dite de Silésie, a été coupée « en tranches très minces et mise en contact à 30° avec « de l'alcool à 85 centièmes. Quelques gouttes d'une dis- « solution très étendue de potasse ont été versées dans la « liqueur pour saturer la petite quantité d'acide libre de « la betterave. Au bout de trente-six heures, l'alcool ne « s'était pas sensiblement coloré. Évaporé à une très « douce température, il a laissé un résidu d'un blanc « légèrement grisâtre, que l'on a desséché au bain-marie « et traité ensuite par de l'alcool à 97 centièmes distillé « trois fois sur de la chaux vive. Cet alcool n'a pas dis- « sous la moindre trace d'un sucre quelconque. Par l'éva- « poration, il n'a laissé dans la capsule qu'une très petite « quantité de matière grasse sans aucune espèce de « saveur.

« Le résidu insoluble dans l'alcool était parfaitement « blanc en très petits grains brillants au soleil, entière- « ment soluble dans l'eau et l'alcool faible ; il offrait, en « un mot, tous les caractères d'un beau sucre, sauf une « légère saveur due aux sels qui se rencontrent toujours « en très petite quantité dans la betterave.

« Cette expérience prouve, si je ne me trompe, qu'il « n'y a pas de sucre incristallisable dans cette racine, « puisque, s'il y en avait eu, on l'aurait retrouvé, soit « dans l'alcool anhydre, soit dans la matière insoluble « dans ce liquide. Or, cette matière est solide, et n'attire « pas plus l'humidité de l'air que le sucre raffiné, tandis « qu'il est impossible de dessécher du sucre incristalli- « sable. »

Cette expérience de Pelouze prouve en effet que, contrairement aux analyses précédentes de M. Dubrunfaut et de Payen, la betterave ne contient pas de sucre incristallisable. Il est probable que dans les analyses de ces derniers chimistes, le sucre incristallisable s'était formé pendant les manipulations de l'analyse, ou bien encore n'était que du sucre cristallisable empêché dans sa cristallisation par la présence des sels.

La détermination de l'alcool formé par la fermentation

est donc un excellent procédé de dosage du sucre cristallisable, lorsque ce sucre existe seul dans la matière sucrée analysée; mais il n'est plus qu'un moyen de dosage des sucres cristallisable et incristallisable dans leur ensemble, lorsque ces sucres sont réunis.

En 1832, c'est-à-dire la même année que Pelouze, Dubrunfaut appliquaient également la fermentation à la détermination de la quantité de sucre contenue dans les matières sucrées.

« En faisant une série de recherches propres à constater, dit Dubrunfaut (1), la quantité de sucre contenue « dans les divers corps sucrés par la proportion d'alcool « fournie par la fermentation, j'ai trouvé que les mélasses « de cannes et de betteraves rendent des quantités d'al- « cool qui représentent des quantités de sucre plus « grandes que celles que je leur avais assignées en sucre « cristallisable. Ce résultat me force à admettre dans ces « mélasses l'existence d'un autre sucre qui est vraisem- « blablement le sucre liquide.

« Pour constater la quantité de sucre représentée par « un poids donné d'alcool, j'ai dû répéter les expériences « sur la fermentation alcoolique, et au milieu des produits « variables que j'ai obtenus dans cette fermentation, j'ai « cru pouvoir admettre que 100 kilogr. de sucre cristal- « lisé pur, qui ne perd que 2 millièmes par dessiccation à « la température de l'eau bouillante, peuvent rendre « 45 kilogr. d'alcool absolu. »

Ainsi une mélasse qui contenait, suivant l'hypothèse de Dubrunfaut,

Eau	20
Sucre cristallisable	40
Mucilage	40

soumise à la fermentation, donnait une quantité d'alcool qui lui assignait la composition suivante pour :

(1) Dubrunfaut, *Agriculteur manufacturier*, tome III, p. 66; 1831; paru en 1832.

	la mélasse de canne.	la mélasse de betterave.
Eau	20	20
Sucre cristallisable	40	40
Sucre incristallisable	35	10
Mucilage	5	30

Cette analyse de la mélasse de sucre de betterave, quoique basée sur une hypothèse, en ce qui concerne le sucre cristallisable et incristallisable, conduisit Dubrunfaut à une découverte féconde ; en étudiant ce que pouvaient être ces 30 p. 100 de mucilage, il reconnut qu'il renfermait des sels de potasse qui, incinérés, donnaient un salin contenant une grande quantité de carbonate de potasse ; cette découverte devint le point de départ d'une nouvelle industrie : la fabrication des salins de mélasse. — Voir pour plus de détails le chapitre II de ce volume.

En 1834, Avequin publiait un très beau travail sur l'analyse de deux variétés de canne dans lesquelles il constatait la présence et la proportion de sucre cristallisable et incristallisable, et dans laquelle il utilisait l'alcool et la cristallisation comme moyen de séparation des deux sucres (1).

En 1839, M. Péligot reprenant les analyses de la canne et de la betterave, constatait d'accord avec Pelouze et contrairement à ce qui avait été constaté par d'autres chimistes, que ces matières sucrées ne contenaient que du sucre cristallisable, sans sucre incristallisable.

Les procédés d'analyse employés par M. Péligot étaient également l'alcool et la cristallisation du sucre.

Voici la manière de procéder de M. Péligot pour déterminer la quantité de sucre, par exemple dans la betterave : « On coupe vers le milieu des racines quelques « rouelles ou tranches minces dont on enlève la peau ; « on les divise en petits fragments et on en pèse 100 gr.

(1) Avequin, Encyclopédie Roret : *Fabricant et raffineur de sucre*, par Jullia de Fontenelle, p. 59. Année 1841 (*Journal de pharmacie*, tome XXVI, p. 155; 1840).

« que l'on porte dans une étuve chauffée à l'eau bouil-
« lante et que l'on y maintient jusqu'à ce que les tranches
« de betterave desséchées deviennent cassantes, friables,
« et ne perdent plus en poids par un séjour plus prolongé
« à l'étuve.

« Lorsque le résidu sec est refroidi, on le place sur la
« balance, et la perte constatée représente la proportion
« d'eau contenue dans la betterave.

« On traite ensuite le résidu sec et finement pulvérisé
« par de l'alcool à 90°. On fait bouillir à plusieurs re-
« prises, afin d'en extraire tout le sucre et l'on fait sécher
« à l'étuve la partie insoluble dans l'alcool qui fournit par
« une simple soustraction le poids du sucre.

« Enfin, si l'on veut déterminer séparément la nature
« des parties insolubles, on les reprend par l'eau bouil-
« lante, qui dissout l'albumine et les différents sels ; reste
« le ligneux, que l'on sèche et que l'on pèse ; quant aux
« principes dissous dans l'eau, on les sépare par les réac-
« tifs appropriés.

« Le sucre s'obtient de la dissolution alcoolique par
« cristallisation, par une évaporation ménagée, sans
« laisser de résidu de mélasse (1). »

En 1840, M. Plangne confirmait par des analyses de la canne faites, en 1827, et non publiées les résultats obtenus par M. Péligot; ses moyens d'analyse étaient également l'alcool et la cristallisation (2).

A cette date de 1840, les moyens et procédés pour reconnaître et doser le sucre cristallisable et le sucre incristallisable, employés dans l'analyse des matières sucrées, étaient assez restreints, comme on le voit par les descriptions qui viennent d'en être données : pour le sucre cristallisable, ils consistaient dans son insolubilité dans l'alcool absolu, dans sa solubilité dans l'alcool plus faible,

(1) Péligot, *Recherches sur l'analyse et la composition chimique des betteraves à sucre*, p. 4. Année 1839.

(2) Plangne, *Sur l'état et la proportion de sucre contenu dans le jus de la canne* (*Journal de pharmacie*, tome XXVI, p. 248. Année 1840).

solubilité plus grande à chaud qu'à froid, et sa facile cristallisation; ou bien encore par son rendement en alcool par la fermentation; pour le sucre incristallisable, les moyens de constatation et d'analyse étaient encore plus restreints et moins caractéristiques : ils consistaient dans sa solubilité dans l'alcool absolu, dans son incristallibilité et dans sa propriété hygrométrique, dans la fermentation et dans l'hypothèse admise par Dubrunfaut pour le dosage du sucre cristallisable.

§ 3.

ANNÉE 1840. — PREMIER PROCÉDÉ D'ANALYSE ET DE DOSAGE DU SUCRE CRISTALLISABLE ET DU SUCRE INCRISTALLISABLE, EXISTANT SIMULTANÉMENT DANS LA MELASSE ET DE SON INFLUENCE DANS LES PROGRÈS DE LA FABRICATION ET DU RAFFINAGE DES SUCRES DE BETTERAVES ET DE CANNES.

Je crois devoir donner sur ce nouveau procédé de dosage du sucre cristallisable et du sucre incristallisable existant simultanément dans les matières sucrées, quelques détails, non pas seulement dans le but de faire connaître ma participation personnelle à sa création, mais dans un intérêt historique et parce que les faits nouveaux qu'il a contribué à mettre en évidence ont été le point de départ de recherches chimiques et industrielles considérables auxquelles j'ai participé, qui ont absorbé une grande partie de mon existence, qui n'ont pas eu ou qui n'ont eu jusqu'à présent qu'une publicité très restreinte et très incomplète, et auxquelles se rattachent les problèmes encore à l'étude dans la fabrication et le raffinage des sucres.

1° — *Historique du nouveau procédé d'analyse.*

En avril 1838, j'arrivai dans le laboratoire de Dubrunfaut en qualité de chimiste, au moment où commen-

çait à fonctionner la distillerie de mélasse de betteraves qu'il avait établie à Bercy.

Mon occupation principale fut d'abord l'analyse d'un grand nombre d'échantillons de potasse brute, provenant de l'incinération des vinasses de distillation de mélasse, et l'analyse de nombreux échantillons de mélasse par fermentation, pour en déterminer le rendement alcoolique.

Ce rendement était assez variable et oscillait entre 24 et 36 litres d'alcool, calculé en alcool absolu par 100 kilog. de mélasse.

A cause même de cette diversité de rendement, Dubrunfaut n'achetait jamais de mélasse sans qu'un essai, constatant son rendement en alcool, en ait été fait au laboratoire, afin de reconnaître à l'avance le prix qu'il pouvait mettre à son acquisition.

Je me trouvais donc constamment en présence d'expériences et de calculs de rendement alcoolique qui démontraient l'existence d'une grande quantité de sucre dans la mélasse.

J'étais imbu, pénétré des travaux antérieurs de Dubrunfaut, que j'avais étudiés dans l'*Agriculteur manufacturier* avec l'ardeur et la passion du jeune chimiste, désireux de devenir industriel et, peut-être, inventeur comme Dubrunfaut, dont j'admirais les travaux.

D'après les analyses des mélasses, faites en 1832 par Dubrunfaut, et rapportées dans le paragraphe précédent, le sucre contenu dans la mélasse de betteraves, dosé par la fermentation, s'élevait à 50 kilog. de sucre par 100 kilog. de mélasse. Sur ces 50 kilog. de sucre 10 seraient à l'état de sucre incristallisable et 40 à l'état de sucre cristallisable.

Dans la mélasse de cannes, la fermentation accuse 75 kilog. de sucre par 100 kilog., dont 35 kilog. à l'état de sucre incristallisable et 40 kilog. en sucre cristallisable.

Mais dans ces analyses, si le dosage de la totalité du sucre repose sur une base incontestable, la fermentation; il n'en est pas de même du dosage du sucre cristallisable

et incristallisable, qui n'est basé que sur une simple hypothèse.

En effet, le sucre cristallisable s'y trouve déduit de la quantité d'eau constatée dans la mélasse; et comme on sait qu'une partie d'eau saturée à la température ordinaire, dissout deux parties de sucre, on admet que la mélasse doit contenir en sucre cristallisable, dont elle doit être saturée, deux parties de sucre pour une partie d'eau. Mais pour que cette supposition fût vraie, il faudrait établir que la grande quantité de matières autres que le sucre cristallisable, qui sont également dissoutes dans l'eau contenue dans la mélasse, le sucre incristallisable lui-même ne modifient en rien la solubilité du sucre cristallisable dans l'eau.

Or, aucune donnée analytique et pratique ne justifiait cette hypothèse; on pourrait même trouver la confirmation de cette négation dans ce fait qu'une mélasse sortant de l'égouttage du sucre de dernier jet, recuite de nouveau même à un degré de densité élevé, ne donne plus de sucre même après un long séjour en cristallisation.

Ces objections laissaient complètement dans l'incertitude les quantités relatives de sucre cristallisable ou de sucre incristallisable contenues dans la mélasse, et donnaient un plus grand degré de certitude aux chimistes qui prétendaient que la mélasse ne contenait que du sucre incristallisable.

Le doute pouvait donc être permis. Il fut mon point de départ dans l'étude nouvelle que j'entrepris alors sur la détermination de la nature du sucre contenu dans les mélasses.

De quelle nature était ce sucre? En quelle proportion le sucre cristallisable s'y trouvait-il par rapport au sucre incristallisable?

Quelques années auparavant, en 1838, j'avais assisté comme un des ardents auditeurs à l'admirable leçon sur le sucre qui fut faite par M. Dumas, dans le concours

pour la chaire de chimie et de pharmacie à l'Ecole de médecine.

Le beau travail de M. Péligot sur le sucre était alors inconnu (1). M. Dumas vint exposer en public, pour la première fois, les caractères saillants de ce remarquable travail; il mit en relief, surtout, les propriétés chimiques qui pouvaient servir à distinguer et à caractériser le sucre cristallisable et la glucose.

Je fus surtout frappé de la différence que présente l'action des alcalis sur les deux sucres; ils détruisent la glucose et l'incristallisable, tandis qu'ils sont sans action sur le sucre cristallisable.

Des différences aussi tranchées, dans leurs propriétés chimiques, devaient rendre facile la détermination de ces deux sucres, et fournir un moyen d'étudier les questions posées ci-dessus.

Le sucre incristallisable étant instantanément détruit par les alcalis étendus d'eau à la température de l'ébullition, et le sucre cristallisable ne subissant aucune altération, on devait, en traitant les mélasses étendues d'eau, par de la chaux, à la température de l'ébullition, détruire tout le sucre incristallisable; puis, en saturant la chaux par l'acide sulfurique et mettant le liquide neutre en fermentation, on devait obtenir une réduction dans le rendement en alcool, proportionnelle à la quantité de sucre détruit et, par suite, établir ainsi, par différence, la quantité de sucre incristallisable existant dans cette mélasse.

Par contre, la quantité d'alcool obtenu indiquerait directement la quantité de sucre cristallisable.

L'expérience fut faite sur de la mélasse de fabrique de sucre de betterave, et la surprise fut grande! le rendement en alcool fut le même après le traitement à la chaux qu'avant le traitement.

Il n'y avait donc pas de sucre incristallisable dans la mélasse de fabrique de sucre de betterave.

(1) *Comptes rendus de l'Académie des sciences*, tome V, p. 26. Année 1838.

L'expérience fut variée. Elle fut répétée sur des mélanges artificiels de glucose et de sucre, et toutes confirmèrent la valeur du procédé, c'est-à-dire qu'elles établirent que la quantité d'alcool produit par la fermentation représentait bien le sucre cristallisable employé, et l'alcool en moins représentait bien la glucose ajoutée.

La même expérience fut répétée sur un grand nombre d'échantillons de mélasse, et il fut établi d'une manière indiscutable que les mélasses, provenant de la fabrication du sucre de betterave, ne contenaient pas du tout de sucre incristallisable ; que les mélasses provenant du raffinage du sucre de betterave en contenaient toujours de 1 à 5 p. 100 de leur poids, à l'exception d'une seule, la mélasse de la raffinerie de Grar et Ce, à Valenciennes, qui, comme les mélasses de fabrique, n'en contenait pas du tout ;

Enfin, que les mélasses de sucreries de canne et de raffineries de sucre de canne renfermaient toujours et souvent, en grande quantité, jusqu'à 10, 20 et même 30 p. 100 de sucre incristallisable.

Ainsi, contrairement à ce qui se passait dans la fabrication du sucre de canne, dans le raffinage des sucres de canne et des sucres de betterave, ***on ne transformait pas de sucre cristallisable*** en sucre incristallisable dans la fabrication du sucre de betterave.

Un fait aussi important, constaté par de nombreuses expériences sur des échantillons de mélasses provenant d'un grand nombre de sucreries et de raffineries existant alors en France, ne pouvait laisser froid et indifférent.

C'était un horizon nouveau ouvert tout à coup à de nouvelles études sur la fabrication et le raffinage des sucres. Les questions à résoudre se pressaient en foule à l'esprit de recherche.

Pourquoi certaines mélasses, comme celles qui proviennent des sucreries de canne et des raffineries de sucre de canne et de betterave, contiennent-elles du sucre incristallisable ; tandis que les mélasses, qui proviennent de la fabrication du sucre de bettterave, n'en contiennent

jamais, et cela à peu près sans exception dans toute la sucrerie de betterave ?

Pourquoi ne pas retirer, et par quels moyens extraire de tant de millions de kilogrammes de mélasse de fabriques de sucre de betterave qui sont produites chaque année, les 50 p. 100 de sucre cristallisable qu'elles contiennent, et qui vont, comme pis-aller, se transformer en alcool dans les distilleries de mélasse ?

Quelles sont les matières alliées au sucre cristallisable dans la mélasse qui peuvent ainsi empêcher la cristallisation du sucre ? Quels moyens employer pour les éliminer ?

Parmi les problèmes nouveaux et nombreux, celui de l'extraction du sucre de la mélasse des fabriques de sucre de betterave domina tous les autres, et fut le but de nombreuses études chimiques et industrielles exécutées dans le laboratoire et la distillerie de Bercy.

Tous les moments non utilisés par les exigences de la fabrication courante furent employés dans cette direction, dans le secret du laboratoire industriel, sans aucune publicité ni des moyens ni des résultats.

Ces études nous conduisirent jusqu'en juillet 1849, époque où un brevet d'invention fut pris au nom de MM. Dubrunfaut et Leplay, et dans lequel tous les travaux exécutés de 1840 à 1849, sur les mélasses et sur l'extraction du sucre des mélasses, furent résumés.

Ma participation active dans ces recherches scientifiques et industrielles me valut *le titre de collaborateur et la position d'associé de M. Dubrunfaut* (1).

(1) Voici en quels termes M. Dubrunfaut établit lui-même ma collaboration dans ses travaux sur la mélasse, et sur d'autres travaux exécutés à Bercy de 1840 à 1850 :

« Ce brevet a été inscrit sous mon nom et celui de M. Leplay, qui a été « notre collaborateur pour la majeure partie des travaux exécutés à « Bercy ; soit :

« 1841. Création à Bercy de la fabrication des acides gras par distilla« tion à l'aide de la vapeur surchauffée, brevetée dans la même année et « cédée depuis à MM. Masse, Tribouillet et Cᵉ, qui l'ont exploitée sur une « grande échelle à Neuilly-sur-Seine.

« 1845 à 1850. Exploitation à Bercy : 1° d'un mode nouveau de fabrica« tion de prussiate de potasse qui avait élevé le rendement du chiffon de

Ce n'est pas le moment ici de faire connaître ces travaux, dont la plus grande partie sont encore inédits ; ils trouveront une place plus importante dans cet ouvrage ; mais la digression à laquelle ils m'ont entraîné, quoique pouvant paraître un peu personnelle, pourra avoir son utilité, en montrant une fois de plus l'influence de l'analyse chimique dans l'étude des progrès dans ces industries.

2° — *Description du nouveau procédé d'analyse.*

L'importance des faits que l'application du nouveau procédé de dosage du sucre cristallisable et incristallisable a fait connaître, soit : 1° la présence du sucre cristallisable dans les mélasses de fabrique de sucre de betterave, à l'exclusion de tout sucre incristallisable ; 2° la présence du sucre cristallisable en même temps que celle du sucre incristallisable, et les quantités relatives de ces deux sucres dans les mélasses provenant de la fabrication et du raffinage des sucres de canne, et presque dans la généralité des mélasses de raffinerie de sucre de

« laine de 5 à 10 p. 100 de prussiate de potasse diaphane; 2° affinage des « salins de betterave et emploi des produits pour la fabrication du prus- « siate et pour la fabrication d'une potasse raffinée, façon Amérique, qui « était fort recherchée dans le commerce ; 3° fabrication de la glucose de « fécule pour l'œnologie.

« 1849. Expériences sur l'application des sucrates de baryte, de stron- « tiane de plomb et de chaux pour l'extraction du sucre des mélasses, et « brevet pour cette application pris le 24 juillet 1849. Emploi nouveau du « sulfure de baryum et de strontium pour cette fabrication, en remplace- « ment des hydrates.

« 1850. Création de quatre usines pour la fabrication du sucre de bet- « terave par la méthode des sucrates :

« 1° Chez MM. Lanet et Charbonneau, à Tournus (Saône-et-Loire);

« 2° — Grar et Ce, à Valenciennes (Nord) ;

« 3° — Tilloy-Delaune, à Courrières (Nord) ;

« 4° A la Villette, avec tous les raffineurs de Paris, sous la direction « de M. Edmond Guillon (*a*). »

(*a*) Extrait textuel de la notice de M. Dubrunfaut sur ses travaux, à l'appui de sa candidature à une place vacante à l'Académie des sciences, page 33. 1868.

betterave, m'engage à décrire avec quelques développements le procédé que nous avons employé, et qui n'a été indiqué jusqu'à présent que sommairement par une communication faite par M. Dubrunfaut à l'Académie des sciences en 1851 (1).

Il paraît d'autant plus nécessaire d'en donner une description complète, que, aujourd'hui encore, malgré tous les progrès réalisés dans les moyens de doser les différents sucres, ce procédé bien appliqué est encore celui qui conduit le plus sûrement à la détermination de la nature de ces sucres, et plus d'une occasion se présentera de le démontrer.

Ce nouveau procédé d'analyse qui va être décrit comme application à l'analyse de la mélasse peut, également, être appliqué sans aucune modification à l'analyse des produits sucrés, jus et sirops, en cours de fabrication en sucrerie et en raffinerie ; il est basé, comme on l'a déjà vu :

1° Sur un premier dosage du sucre contenu dans la mélasse, par la quantité d'alcool produit par la fermentation ;

2° Sur un deuxième dosage du sucre contenu dans la même mélasse, après un traitement par la chaux à la température de l'ébullition de la mélasse étendue d'eau ; puis, après saturation de la chaux restée libre, par un acide, et particulièrement par l'acide sulfurique ou carbonique, et ensuite par la fermentation alcoolique du liquide ainsi traité.

La quantité d'alcool produit par la première fermenta-

(1) Dubrunfaut : *Comptes rendus de l'Académie des sciences*, tome XXXII, p. 249. 1851.

Voici en quels termes Dubrunfaut parle de cette méthode : « La première méthode que nous avons pratiquée est la fermentation alcoolique. « Cette méthode, pratiquée depuis dix ans dans mon laboratoire, a servi « presque exclusivement aux besoins du commerce et de l'Administration « pour faire le départ du sucre cristallisable et du sucre incristallisable « des produits saccharifères du commerce. Cette méthode a été réglée et « pratiquée avec une grande précision dans mon laboratoire, sous la di- « rection habile et intelligente d'un de mes élèves, aujourd'hui mon colla- « borateur, M. H. Leplay. »

tion représente la quantité totale de sucre contenu dans le liquide mis en fermentation.

La quantité d'alcool produit dans la deuxième fermentation représente la quantité de sucre cristallisable.

La différence entre la quantité d'alcool obtenu dans la première et la deuxième fermentation représente la quantité de sucre incristallisable calculée comme quantité de sucre cristallisable.

On a vu dans le paragraphe précédent que Pelouze, en employant la fermentation comme moyen de doser le sucre dans la betterave, avait admis comme base, d'après des expériences de fermentation faites sur le sucre pur et desséché, un rendement en alcool pur (alcool absolu à 100°) de 64 centimètres cubes 28 centièmes pour 100 grammes de sucre, soit pour 100 kilogrammes 64 litres 28 centilitres.

On a vu que Dubrunfaut, se basant également sur des expériences analogues, avait obtenu pour 100 kilogr. de sucre pur 45 kilogr. d'alcool absolu à 100°.

Le poids spécifique de l'alcool absolu étant de 794, le rendement de Dubrunfaut, transformé du poids en volume d'alcool pour être comparé à celui de Pelouze, est pour 100 kilogr. de sucre de 56 litres 66 p. 100.

$$\frac{45}{794} = 56 \text{ litres } 66 \text{ p. } 100 \text{ alcool pur à } 100^\circ.$$

Lavoisier a établi le premier que pendant la fermentation alcoolique le sucre se dédoublait en alcool et en acide carbonique, et que la composition de l'alcool et de l'acide carbonique réunis représentait la composition du sucre.

Lavoisier avait même proposé, dès 1793, la fermentation comme un moyen de dosage du sucre dans les termes suivants :

« Je terminerai ce que j'ai à dire de la fermentation « vineuse en observant qu'elle peut fournir ua moyen « d'analyse du sucre et en général des substances végé- « tales suceptibles de fermenter ; en effet, eomme je l'ai « déjà indiqué, je puis considérer les matières mises en

« fermentation et le résultat obtenu par la fermentation « comme une équation algébrique; et en supposant cha- « cun des éléments de cette équation inconnu, j'en puis « tirer une valeur et rectifier ainsi l'expérience par le « calcul et le calcul par l'expérience (1). »

D'après la théorie de Lavoisier, en prenant la composition du sucre de raisin, qui est le type du sucre tel qu'il entre en fermentation, on trouve qu'une molécule de sucre de raisin représentée par $C^{12}H^{12}O^{12}$ pesant 2250 grammes doit produire selon l'equation suivante :

$$C^{12}H^{12}O^{12} = 2\,(C^{4}H^{6}O^{2}) + 4\,(CO^{2})$$
glucose = alcool + acide carbonique,

soit en poids, en alcool 1150, en acide carbonique 1100, ensemble 2250. Ces nombres correspondent en poids à 51gr,11 d'alcool pour 100 de sucre de raisin desséché à 130°.

Ces nombres ramenés au sucre de canne (sucre cristallisable), qui doit nous servir de type et de point de comparaison, dont la formule est

$$C^{12}H^{11}O^{11} = \text{en poids } 2137{,}5,$$

donnent pour 100 de sucre de canne en alcool pur 53k,790.

En transportant ces différents nombre à une quantité déterminée de sucre, on trouve que 100 kilog. de sucre pur et sec doivent rendre en alcool pur, pesant 794 grammes le litre :

Suivant Lavoisier.	67l,74
Suivant l'expérience de Pelouze. . . .	64l,28
Suivant l'expérience de Dubrunfaut. .	56l,66.

M. Dubrunfaut m'a chargé plusieurs fois de répéter son expérience de 1831 avec des précautions minutieuses, et j'ai constamment obtenu des nombres qui se rappro-

(1) Lavoisier, *Traité de chimie*, tome Ier, 2e édition, p. 151. Année 1793.

chaient des siens; je ne suis jamais arrivé à 57 et j'ai souvent rencontré moins de 56 (1).

Lorsqu'on opère la fermentation dans des conditions ordinaires, dans une étuve chauffée de 20° à 25°, sur un demi-litre ou un litre de liquide dans un flacon bouché, à l'aide d'un tube recourbé avec un index de mercure, une dose de levure d'environ 10 p. 100 du poids du sucre, du sucre blanc du commerce première qualité, on obtient, après trois à quatre jours, une fermentation complète qui donne pour 100 kilog. de sucre, en alcool pur, 55 litres.

En opérant exactement dans les mêmes conditions l'analyse par fermentation des liquides sucrés, on peut admettre que 55 litres d'alcool produit correspondront à 100 kilog. de sucre cristallisable.

La manière d'opérer la fermentation est très simple: pour déterminer la richesse alcoolique qui doit servir de point de comparaison, on prend 100 grammes de sucre que l'on dissout dans l'eau pure, de manière à ce que la dissolution représente exactement un litre à 15° centigrades, la dissolution pèse alors à l'aréomètre Baumé 5°,3 à 5°,4; on y ajoute 10 grammes de levure de bière bien pressée que l'on a soin de délayer d'abord dans un petit volume de la dissolution sucrée, et d'ajouter ensuite à toute la dissolution; on l'agite pour bien mélanger le tout, on met le flacon à une étuve chauffée de 20 à 25°, et on l'y maintient jusqu'à ce que la fermentation ait cessé; ce que l'on reconnaît quand il ne se dégage plus de gaz, que le liquide ne mousse plus, et que la levure tombe au fonds du flacon en devenant compacte.

Lorsque la fermentation est terminée, on distille tout

(1) Les travaux de M. Pasteur sur la fermentation sont venus non seulement justifier les nombres obtenus par M. Dubrunfaut, mais encore établir quelle était la véritable cause qui empêchait la réalisation des nombres théoriques de Lavoisier. En effet, M. Pasteur a reconnu qu'il se formait pendant la transformation du sucre en alcool par la fermentation, de la glycérine et de l'acide succinique (Pasteur : *Comptes rendus de l'Académie des sciences*, tome XLVI, p. 179 et 857; 25 janvier 1857. Année 1858.

ou partie du liquide fermenté dans le petit alambic d'épreuve de Gay-Lussac, de manière à retirer en liqueur distillée la moitié du volume du liquide soumis à la distillation. On détermine par l'alcoomètre centésimal la richesse alcolique du liquide distillé; on prend de préférence pour cette détermination, afin d'obtenir le plus de précision possible, l'alcoomètre à bas degré et à grandes divisions de Collardeau, indiquant des dixièmes de degré alcoolique. Le degré constaté par l'instrument, divisé par 2, représente la richesse alcoolique du liquide fermenté, et cette richesse multipliée par 10 représente la valeur alcoolique de 100 parties de sucre, ou la valeur en litres d'alcool pur que peuvent donner 100 kilog. de sucre (1).

En opérant dans ces conditions, la richesse alcoolique du liquide fermenté sera d'environ 5,5 p. 100 en volume.

Si l'on obtenait dans l'expérience ci-dessus une richesse alcoolique ou plus grande ou moins grande, il faudrait soupçonner l'appareil et les instruments de n'avoir pas une exactitude suffisante.

Pour déterminer la quantité de sucre contenu dans la mélasse, on prend également 100 grammes de mélasse que l'on délaye dans l'eau, de manière à obtenir un litre de dissolution; on y ajoute seulement 5 grammes de levure, et on met le liquide en fermentation dans un flacon que l'on met à l'étuve, exactement dans les mêmes conditions. Lorsque la fermentation est terminée, on distille le liquide fermenté de la même manière, et la richesse alcoolique du liquide fermenté représente la quantité d'alcool que peuvent fournir 100 kilog. de ladite mélasse.

Nous supposerons comme exemple que le rendement de la mélasse ainsi constaté soit pour 100 kilog., en alcool pur, 30 litres.

La proportion suivante donnera la quantité de sucre correspondant à 30 litres d'alcool :

$$30 \times 100 = \left.\frac{3000}{55}\right\} \text{sucre, 54,54 p. 100 de mélasse.}$$

(1) M. Salleron, fabricant d'instruments de précision, à Paris, a per-

Si la mélasse était alcaline, il serait nécessaire de saturer l'alcali avec de l'acide sulfurique, de manière à la rendre légèrement acide. Cette saturation devrait se faire avant que la mélasse ne soit délayée dans tout le volume d'eau, c'est-à-dire avant que le liquide ne soit complété au volume d'un litre, afin que l'addition de l'acide n'en puisse modifier le volume.

Si l'on veut déterminer la quantité de sucre incristallisable que peut contenir le même échantillon de mélasse, on en prend 100 grammes dans une capsule d'environ un litre; on l'étend d'eau, de manière à obtenir environ un demi-litre de dissolution, on y ajoute environ 30 grammes de chaux hydratée en poudre, et l'on porte à l'ébullition, que l'on maintient pendant quelques minutes en ayant soin d'agiter avec une baguette de verre.

Lorsque la mélasse contient de la glucose, il s'établit une réaction, quelquefois très vive. Si la glucose est très abondante, la dissolution se colore fortement; après cinq minutes d'ébullition toute la glucose se trouve détruite, on retire la capsule de dessus le feu, et lorsque le liquide est refroidi, on y ajoute de l'acide sulfurique étendu d'eau en excès, c'est-à-dire jusqu'à ce qu'il soit devenu franchement acide; alors on ajoute un peu de craie pour saturer l'excès d'acide, et l'on filtre. Il s'est formé par la saturation un dépôt de sulfate de chaux qui est resté sur le filtre, on le laisse égoutter, puis on verse de l'eau sur le dépôt pour le laver convenablement, et l'on complète avec ces eaux de lavage un litre de liquide.

Si l'opération a été bien conduite, le volume de l'eau nécessaire pour compléter un litre est suffisant pour laver parfaitement le précipité et le filtre.

On met ce liquide en fermentation, comme on l'a fait pour la mélasse, et, la fermentation terminée, on constate par distillation sa richesse alcoolique.

Si la richesse alcoolique trouvée est la même, c'est-

fectionné le petit alambic de Gay-Lussac, et est arrivé à construire des alcoomètres qui donnent une grande précision à la détermination à l'aide de ses instruments de la richesse alcoolique des liquides fermentés.

à-dire accuse pour 100 kilog. de mélasse 30 litres d'alcool pur, on peut en conclure que la mélasse ne contient pas de sucre incristallisable.

Mais si, au contraire, la fermentation et la distillation n'accusent qu'un rendement de 20 litres, on aura, d'après le calcul ci-dessus :

$$20 \times 100 = \frac{2000}{55} = \text{sucre, } 36,36.$$

Il y avait donc dans cette mélasse :

En sucre cristallisable.	36,36
En sucre incristallisable.	18,18
Soit ensemble.	54,54 p. 100.

Dans la pratique de ce procédé, on doit toujours opérer la fermentation dans des conditions telles que le maximum de richesse alcoolique du liquide fermenté ne s'élève pas à plus de 6 p. 100 et ne s'abaisse pas au-dessous de 3 p. 100 d'alcool pur.

Lorsque les mélasses sont peu riches en sucre, comme les mélasses brutes de betterave, on peut opérer sur 150 grammes ou même 200 grammes pour un litre de liquide à mettre en fermentation, et ramener par le calcul la richesse alcoolique obtenue à 100 grammes de mélasse par litre, pour en conclure le rendement alcoolique par 100 kilogrammes de mélasse, qui sert de type de comparaison (1).

Dès 1840, le laboratoire de M. Dubrunfaut avait donc

(1) Il existe aujourd'hui d'autres procédés de doser le sucre cristallisable et le sucre incristallisable contenus dans les liquides sucrés, qui n'existaient pas en 1840 et qui vont être successivement examinés. Ces procédés sont surtout préférables à cause de la facilité et de la rapidité de l'analyse; mais ils perdent en certitude, en ce sens que d'autres matières que le sucre produisent les mêmes effets, sur lesquels sont fondés ces moyens d'analyse des matières sucrées; de telle sorte que l'on ne peut affirmer, si l'on ne le sait déjà, que c'est bien du sucre et seulement du sucre que l'on dose; dans les cas douteux il faut avoir recours en dernière analyse à la fermentation, qui, en résumé, donne des résultats suffisamment précis, surtout pour des recherches industrielles.

à sa disposition un procédé d'analyse des matières sucrées pouvant doser le sucre cristallisable et le sucre incristallisable, et, comme on le verra dans le chapitre suivant, pouvant également doser, d'abord, les matières étrangères au sucre, dans leur totalité, abstraction faite de leur nature chimique, et parmi les matières étrangères, les bases alcalines, la potasse, la chaux en combinaison avec les acides végétaux.

Ce procédé d'analyse a été appliqué dans le laboratoire de Dubrunfaut de 1840 à 1850, à un grand nombre d'échantillons de mélasses provenant de diverses fabriques de sucre de betterave, de diverses raffineries de sucre de betterave, de mélasses de fabriques et de raffineries de sucre de canne, et de raffineries de sucre de betterave et de canne mélangés.

Je donnerai les résultats obtenus dans ces analyses dans le 2e volume de la 2e division de cet ouvrage, traitant de l'application de l'analyse chimique à l'étude de la mélasse dans la fabrication et le raffinage des sucres de betterave et de canne.

§ 4.

DOSAGE RAPIDE PAR PRÉCIPITATION DU SUCRE CRISTALLISABLE DANS LES MATIÈRES SUCRÉES QUI NE CONTIENNENT PAS DE SUCRE INCRISTALLISABLE, ET PARTICULIÈREMENT DANS LES MÉLASSES DE BETTERAVE.

Nos travaux sur l'extraction du sucre de la mélasse par la baryte nous suggérèrent l'idée d'un procédé de dosage rapide du sucre cristallisable, qui nous rendit de grands services, dans nos travaux industriels, pour juger rapidement de la valeur des mélasses appliquées à ce travail; procédé qui peut être employé avec succès dans diverses autres circonstances où la présence du sucre cristallisable et sa quantité seraient difficiles à constater.

Ce procédé est basé sur la précipitation du sucre à l'état de sucrate de baryte. Le sucrate de baryte est si peu soluble dans l'eau, et la précipitation du sucre par la ba-

ryte employée en suffisante quantité, est si complète qu'il suffit de constater le poids du précipité simplement pressé à l'aide d'une presse à main de laboratoire, pour déterminer la valeur des différentes mélasses au point de vue du sucre cristallisable qu'il était possible d'en extraire, en opérant dans les mêmes conditions de volume ; le poids du précipité de 100 grammes de mélasse donnait la quantité de sucre pur précipité.

100 grammes de mélasse à 40° Baumé, chauffée jusqu'à l'ébullition, dans laquelle on fait fondre 35 grammes de baryte cristallisée, donnent une masse épaisse, spongieuse, qui paraît solide ; recueillie dans un linge et pressée, elle donne en sucrate de baryte, pressé et non séché, 90 grammes.

Ce précipité, délayé dans l'eau et traité par une liqueur titrée d'acide sulfurique jusqu'à neutralité, a absorbé 260° de la liqueur alcalimétrique de Gay-Lussac, représentant 13 grammes d'acide sulfurique, SO^3HO.

13 grammes d'acide sulfurique monohydraté représentent en sucre, suivant les équivalents et d'après le calcul suivant, 45gr,36, soit :

$$\frac{\text{Équivalent du sucre}}{\text{Équivalent de l'acide sulfurique}} \quad \frac{2137{,}5 \times 13}{612{,}5} = \text{sucre } 45^{gr}{,}36.$$

Dans le but de contrôler ces nombres par le saccharimètre, la dissolution saturée complétée au volume de 1 litre et filtrée, examinée au saccharimètre de Soleil, a marqué 27°,5, représentant par litre 45 grammes de sucre, soit :

$$16{,}35 \times \frac{27^{\circ}{,}5}{100} = 4{,}5 \text{ sucre pur par décilitre,}$$

ou 100 centimètres cubes par litre, $4{,}5 \times 10 =$ sucre pur par litre, 45 grammes.

Ainsi le degré alcalimétrique du sucrate de baryte peut donner très approximativement la quantité de sucre contenu dans le sucrate de baryte obtenu d'un liquide sucré

traité par la baryte cristallisée dans les conditions indiquées ci-dessus, et 100 grammes de la liqueur alcalimétrique de Gay-Lussac, représentant 5 grammes d'acide sulfurique monohydraté, accusent 17gr,44 de sucre pur.

Le résultat de l'analyse peut être même apprécié approximativement par un calcul plus simple : on peut dire que le poids du sucrate de baryte obtenu simplement pressé dans un linge contient 50 p. 100 de son poids de sucre pur.

Si donc 100 grammes de mélasse ainsi traitée donnent une quantité de sucrate de baryte de 96 p. 100, on peut en conclure que la mélasse contient 48 p. 100 de sucre pur cristallisable ; dans tous les cas, ce nombre peut être facilement contrôlé par le titre alcalimétrique de tout ou partie du précipité pressé, et au besoin par l'examen au saccharimètre du liquide saturé.

Ce moyen d'analyse simple et rapide nous a servi de guide dans nos travaux industriels de l'extraction du sucre de la mélasse par le procédé barytrique, que nous traiterons avec détail dans un autre volume de cet ouvrage.

Ce procédé d'analyse ne doit pas être employé dans les dissolutions sucrées qui contiendraient du sucre incristallisable ou glucose en notable quantité, mais seulement dans les liquides qui ne contiennent que du sure cristallisable. Il offre un moyen rapide et comparatif de dosage du sucre cristallisable suffisamment exact dans un grand nombre de travaux industriels.

§ 5.

PROCÉDÉS D'ANALYSE ET DE DOSAGE DES SUCRES DEVANT LA SOCIÉTÉ D'ENCOURAGEMENT POUR L'INSDUSTRIE NATIONALE.

Pendant que ces faits d'analyse chimique se passaient dans le silence du laboratoire de chimie industrielle de M. Dubrunfaut, de 1840 a 1849, la question du dosage

des sucres était également à l'étude dans d'autres laboratoires.

La Société d'encouragement, comprenant toute l'importance que pouvait avoir, pour les industries du sucre, un procédé de dosage facile et rapide des différents sucres contenus dans les matières sucrées, avait attiré l'attention des chimistes sur ces questions en proposant, dès l'année 1838, *un prix de trois mille francs pour un moyen saccharimétrique propre à faire connaître promptement la quantité de sucre cristallisable contenu dans la betterave ou tout autre produit sucré.*

En 1839, un rapport de M. Péligot, sur les mémoires présentés au concours, fait connaître les moyens proposés par les trois concurrents pour doser le sucre cristallisable.

Le premier propose la densité du liquide sucré;

Le deuxième, la combinaison du sucre avec l'oxyde de plomb produit par l'acétate de plomb et la potasse caustique;

Le troisième, la fermentation.

Le prix ne fut pas délivré et la question fut remise au concours (1).

En 1842, nouveau rapport de M. Péligot, qui établit qu'un nouveau coucurrent propose le dosage du sucre par le poids de l'acide carbonique dégagé pendant la fermentation.

Le prix ne fut pas délivré et la question remise de nouveau au concours (2).

En 1844, un nouveau concurrent se présenta avec un mémoire ayant pour titre : *Essai sur l'application des principales propriétés chimiques des sucres à la détermination quantitative du sucre cristallisable;* l'auteur de ce travail était Barreswil (3).

« Le procédé saccharimétrique de M. Barreswil, dit le « rapport de M. Péligot, repose sur une propriété des

(1) *Bulletin de la Société d'encouragement*, p. 462. Année 1839.
(2) *Bulletin de la Société d'encouragement*, p. 120. 1842.
(3) *Bulletin de la Société d'encouragement*, p. 268. 1844.

« sucres qui a été signalée il y a quelques années par un « chimiste allemand, M. Frommers, comme permettant « de distinguer facilement le sucre de canne de la glu- « cose.

« La méthode de M. Frommers consiste à ajouter à la « dissolution sucrée quelques gouttes de sulfate de cuivre, « puis de la potasse, en portant le mélangc à une tempé- « rature voisine de l'ébullition; la glucose, s'il en existe « dans la liqueur, réduit le sel cuivrique et détermine la « formation d'un précipité rouge d'oxyde cuivreux; tandis « que le sucre de canne ne fait subir à ce sel aucun chan- « gement.

« M. Barreswil a mis à profit cette réaction bien con- « nue des chimistes comme procédé qualitatif, pour « faire la détermination quantitative du sucre de canne, « sucre cristallisable, et de la glucose, lorsque ces corps « se rencontrent seuls ou mélangés dans un corps solide, « comme les sucres bruts du commerce, ou dans un « liquide, comme le jus de betterave et le vesou.

« Son procédé est basé sur les faits suivants :

« 1° Le sucre cristallisable ne réduit pas l'oxyde de « cuivre contenu dans un liquide alcalin;

« 2° Il devient apte à réduire cet oxyde quand il a été « traité par l'acide sulfurique, lequel, à la faveur d'une « ébullition de quelques instants, le transforme entière- « ment en glucose;

« 3° La quantité de l'oxyde qui est réduite est propor- « tionnelle à la quantité de sucre employée. »

Il fut accordé à M. Barreswil, pour ce travail, une médaille d'argent et une somme de 1,000 fr., sur le prix de 3,000 fr. proposé, et le prix réduit à 2,000 fr. fut de nouveau remis au concours.

La portée du procédé Barreswil et le parti que l'industrie pouvait en tirer ne furent pas immédiatement compris et appréciés; d'ailleurs, la pratique du procédé présentait quelques difficultés qui rendaient sa précision douteuse. Voici en quels termes il est apprécié, quatre

années plus tard, dans un rapport fait à la Société d'encouragement sur le concours pour le même prix (1) :

« Ces recherches n'ont pas eu de suite, et si le procédé « (procédé Barreswil) que nous venons de rappeler a « servi quelquefois à démontrer la présence de la glucose « dans les sucres raffinés soumis à la réexportation, le « problème de la saccharimétrie, dans les termes et avec « les exigences du programme, restait encore entière- « ment à résoudre. »

On verra, dans la suite, le grand parti que l'industrie est arrivée à tirer du procédé Barreswil.

L'attention des chercheurs était vivement sollicitée par la publicité de ces divers concours.

En 1846, Payen présenta à la Société d'encouragement un procédé pour déterminer la richesse en sucre des sucres bruts et leur rendement en raffinage ; le procédé de Payen consistait en un lavage de ces sucres par une dissolution alcoolique saturée de sucre pur. Il ne pouvait s'appliquer qu'aux sucres bruts, et n'était d'aucun usage pour les liquides sucrés (2). (Ce procédé sera étudié dans la suite de ce travail.)

La même année 1846, M. Péligot présentait également à la Société d'encouragement un moyen de doser le sucre cristallisable dans les dissolutions sucrées, en déterminant la chaux qu'elles peuvent dissoudre, à l'aide d'une liqueur titrée d'acide sulfurique. Le titre alcalimétrique trouvé indiquait la quantité de sucre dissous (3). Le même procédé dosait le sucre incristallisable en prenant le titre alcalimétrique de la dissolution de chaux avant et après l'ébullition, le titre disparu indiquait la glucose.

Il fut reconnu plus tard, par M. Péligot lui-même, que ce moyen manquait de précision, par ce motif que la quantité de chaux dissoute n'était pas toujours proportionnelle au sucre, qu'elle variait avec la densité

(1) *Bulletin de la Société d'encouragement*, avril 1848.

(2) Payen, *Bulletin de la Société d'encouragement*, p. 146. 1846.

(3) Péligot, *Bulletin de la Société d'encouragement*, p. 286. 1849 (*Comptes rendus de l'Académie des sciences*, tome XXII, p. 936. Année 1846).

des dissolutions traitées par la chaux. Le procédé comme moyen de dosage du sucre cristallisable fut abandonné.

Enfin, en 1848, c'est-à-dire dix années après le prix proposé, le problème fut complètement résolu, et le prix remporté par Soleil et Clerget : par Soleil, pour son admirable instrument le saccharimètre ; par Clerget, pour sa méthode d'analyse des substances saccharifères par l'application du saccharimètre de Soleil (1).

Je donnerai, dans le cours de cet ouvrage, de nombreuses indications sur l'emploi du saccharimètre de Soleil et sur les divers perfectionnements qui y ont été apportés depuis 1848.

Tels étaient les moyens et les procédés que les chimistes avaient à leur disposition pour l'analyse des matières sucrées, et, particulièrement, pour le dosage du sucre cristallisable et incristallisable.

Des divers procédés nouveaux qui viennent d'être indiqués, deux surtout ont résisté à l'épreuve du temps et aux progrès réalisés depuis cette époque : le procédé Barreswil et le saccharimètre de Soleil. Je les ferai connaître avec plus de détails en traitant des procédés en usage présentement dans l'analyse des matières sucrées ; mais à l'époque de cette période historique, 1848, leur influence dans le travail des sucres ne s'était pas encore fait sentir ; le saccharimètre de Soleil était encore peu répandu et le procédé Barreswil n'avait pas même reçu des savants l'accueil que son succès futur était en droit de lui mériter.

On voit, par cette étude comparée à celle du paragraphe précédent, que sur cette question d'analyse, et du dosage du sucre cristallisable et incristallisable, le laboratoire Dubrunfaut, dès 1840, était en possession de procédés que les prix de la Société d'encouragement n'avaient amené à produire que six ou huit années plus tard.

(1) Balard, *Bulletin de la Société d'encouragement*, avril 1848.

IIe PARTIE.

Des procédés présentement employés pour le dosage des sucres dans l'analyse des matières sucrées.

Après le résumé historique qui vient d'être fait dans la première partie de ce chapitre, je vais exposer les procédés employés présentement pour la détermination et le dosage des différents sucres dans l'analyse des matières sucrées, en faisant connaître les perfectionnements et les modifications qui y ont été apportés par les expérimentateurs.

L'ensemble de ces procédés est généralement désigné sous le nom de *saccharimétrie*, et, suivant leur nature, la saccharimétrie se divise en deux parties : la *saccharimétrie optique* et la *saccharimétrie chimique*. Ces deux parties vont être successivement étudiées.

§ 6.

SACCHARIMÉTRIE OPTIQUE (1).

La saccharimétrie optique tire son nom des instruments qu'elle emploie pour la détermination et le dosage des sucres dans l'analyse des matières saccharifères.

En 1811, Arago trouva la polarisation rotatoire dans le quartz.

De 1812 à 1818, Biot la constata dans différents liquides, particulièrement dans l'essence de térébenthine, dans des dissolutions de sucre de canne, de sucre de raisin et de glucose (2).

(1) Le mot *saccharimétrie* est formé de deux mots grecs : *saccharum*, qui signifie sucre, et *metron*, qui signifie mesure. La saccharimétrie signifie donc mesurage ou dosage du sucre.

Le mot optique vient du mot grec *optomaï*, voir.

(2) Biot, *Mémoires de l'Académie des sciences*, tome XIII, p. 39. 1835.

Il observa qu'un rayon lumineux, polarisé, traversant une dissolution de sucre cristallisable (sucre prismatique, sucre de canne, aujourd'hui désigné sous le nom scientifique de saccharose), éprouvait une déviation vers la droite du plan de polarisation, analogue à la déviation produite par une lame de quartz (cristal de roche), taillé perpendiculairement à l'axe de cristallisation.

Il remarqua également qu'en faisant la même expérience avec une dissolution de sucre de raisin, le plan de polarisation du rayon lumineux polarisé éprouvait une déviation vers la gauche; il désigna cette action du rayon lumineux polarisé sous le nom de ***polarisation circulaire***, et les substances qui jouissaient de cette propriété sous le nom de ***propriétés rotatoires***.

En 1835, il fit construire un appareil destiné à mesurer les propriétés rotatoires des différents corps solides, liquides et gazeux. Cet appareil, appliqué à l'examen des liquides sucrés, non seulement permit de distinguer la nature des différents sucres, mais encore de déterminer la quantité de l'un et de l'autre de ces sucres qui pouvaient s'y rencontrer.

De 1836 à 1843, il publia plusieurs mémoires pour faire connaître les applications que l'on pouvait faire de son appareil à l'analyse du sucre et des matières sucrées (1).

(1) Biot, Examen du sucre cristallisable du maïs (*Comptes rendus de l'Académie des sciences*, tome II, p. 464. 1836).

Biot, Sur l'utilité que pourraient offrir les caractères optiques dans l'exploitation des sucreries et des raffineries (*Comptes rendus*, tome X, p. 264. 1840).

Soubeiran et Biot, Recherches expérimentales sur les produits sucrés du maïs (*Comptes rendus*, tome XV, p. 619. 1842).

Biot, Sur l'emploi des propriétés optiques par l'analyse quantitative des solutions qui contiennent des substances douces du pouvoir rotatoire (*Comptes rendus*, tome XV, p. 619. 1842.)

Biot, Sur le degré de précision des caractères optiques dans leur application à l'analyse des matières sucrées et dans leur emploi comme caractère dictinctif des corps (*Comptes rendus*, tome XV, p. 693. 1842).

Biot, Sur l'application des propriétés optiques à l'analyse quantitative des mélanges liquides ou solides dans lesquels le sucre de canne cristallisable est associé à des sucres incristallisables (*Comptes rendus*, tome XVI, p. 619. 1843).

L'appareil de Biot répondait à un grand besoin, mais il était d'une pratique difficile; il exigeait des conditions particulières pour son installation et son bon fonctionnement; il ne pouvait opérer qu'avec des dissolutions incolores, et une grande habitude pour les observations; il était, en outre, d'un prix élevé, et, malgré les publications de Biot et ses nombreux travaux, il ne se répandit pas dans l'analyse des matières sucrées. Biot, dans un de ses mémoires de l'année 1843, se plaint de cet isolement dans les termes suivants : « Quoique j'aie lieu de penser « que les chimistes de notre temps n'ont fait ***aucune at-* « *tention*** à ces phénomènes, qui sont insaisissables par « les procédés matériels dont ils disposent, leur étendue « me semble la voie la plus sûre et peut-être la seule par « laquelle on puisse pénétrer dans le mystère des combi- « naisons, comme nous faisant pour ainsi dire assister à « l'accomplissement des opérations par lesquelles les affi- « nités s'exercent, et quelque peu de progrès que je « puisse espérer d'y faire encore par ***mes efforts soli-* « *taires***, je ne m'en écarterai point. »

L'appareil de Biot fut modifié et rendu beaucoup plus pratique par Mitscherlick. Mais la préférence fut bien vite accordée à l'appareil inventé par Soleil, 1846, et récompensé par la Société d'encouragement en 1848, comme on l'a vu dans le paragraphe précédent.

Cet appareil, que Soleil désigna sous le nom de saccharimètre, était destiné, comme son nom l'indique, exclusivement au dosage des sucres dans les dissolutions sucrées. Il est basé, comme celui de Biot, sur la mesure des propriétés rotatoires des dissolutions sucrées; mais il en diffère essentiellement, en ce que ces propriétés rotatoires ne sont plus mesurées, comme dans l'appareil Biot, par l'amplitude du plan de polarisation, mais par l'emploi d'une seconde substance active, agissant en sens inverse de celle que l'on soumet à l'appareil et dont l'épaisseur peut varier jusqu'à ce que l'action contraire des deux substances se détruise complètement, de sorte qu'au lieu de mesurer la déviation du plan de polarisation, c'est-

à-dire le degré d'arc de rotation, on mesure l'épaisseur à donner à la substance compensatrice (qui est une plaque de quartz) pour obtenir une compensation parfaite.

Le caractère distinctif de l'appareil de Soleil est donc l'emploi d'un compensateur mesurant les propriétés rotatoires des dissolutions sucrées.

L'appareil de Biot et l'appareil de Mitscherlick sont des rotatomètres.

L'appareil de Soleil est un véritable saccharimètre.

La simplicité du saccharimètre de Soleil; son but bien défini et restreint, indiqué par son titre même; la facilité des manipulations que demandait son emploi; la facilité et la rapidité des observations; leur contrôle facile pour chacun et par plusieurs observateurs en quelques minutes; les instructions pratiques de Clerget, que Soleil s'était adjoint, pour la partie chimique de l'application de son appareil à l'analyse des matières sucrées, fixèrent rapidement l'attention des chimistes et des fabricants de sucre, et surtout des raffineurs, sur le saccharimètre de Soleil, qui se répandit rapidement dans ces industries dès 1848.

C'est à partir de cette époque que se produisirent un grand nombre de travaux sur les sucres et les matières sucrées, travaux qui vinrent augmenter singulièrement le domaine de la chimie du sucre et des matières sucrées.

Depuis quelques années, le saccharimètre de Soleil a subi divers perfectionnements qui ont eu surtout pour but de donner plus de sensibilité à l'appareil, de rendre les observations plus faciles, plus rapides et plus sûres, et de donner une plus grande précision aux nombres fournis par les observations saccharimétriques.

Ces perfectionnements ont été apportés, d'un côté par M. Duboscq, et de l'autre par M. Laurent.

Les saccharimètres perfectionnés, construits par

MM. Duboscq et Laurent, portent tous deux le nom de saccharimètre à pénombres, et exigent l'emploi d'une lumière simple ou monochromatique.

Il existe d'autres saccharimètres que ceux de Soleil, Duboscq et Laurent, que l'on désigne également sous le nom de polarimètres et qui servent à déterminer la quantité de sucre contenue dans les dissolutions sucrées : tels sont le saccharimètre de Wentske, le polarimètre d'Hoffmann, etc.

L'appareil de Biot et celui de Mitscherlick ont été à peu près abandonnés. Les saccharimètres Duboscq et Laurent à pénombres sont généralement employés en France, et les autres surtout en Allemagne.

Je ne donnerai pas la description de ces différents appareils, dont tous arrivent plus ou moins facilement au même but ; ce serait faire double emploi avec tous les traités de physique, avec tous les ouvrages récents de chimie, d'analyse chimique et de traités de la fabrication du sucre, qui décrivent avec détail la composition et la théorie de ces divers appareils. D'ailleurs, chaque constructeur, en livrant son appareil, remet une brochure qui en contient le dessin, et les instructions utiles à son emploi et à son fonctionnement. Je me bornerai, au paragraphe suivant traitant de la manipulation du saccharimètre, à donner un extrait de la notice de M. Duboscq sur la pratique du saccharimètre Soleil et du saccharimètre à pénombres, ainsi qu'un extrait de la notice de M. Laurent sur ses différents polarimètres.

La graduation adoptée pour le saccharimètre de Soleil a pour base la déviation à droite du plan de polarisation d'un rayon lumineux produite par une lame de quartz de 1 millimètre d'épaisseur, divisée en 100°. Pour obtenir la même déviation à droite du plan de polarisation par une dissolution de sucre pur, on admit qu'elle devait contenir $16^{gr},471$ de sucre dans 100 cent. cubes. Cette dissolution, examinée au saccharimètre sous une couche de 20 centimètres d'épaisseur, donnait 100° au saccharimètre.

Une dissolution sucrée indiquant que 50°, ou tout

autre nombre, ne contiendra qu'une quantité de sucre proportionnelle au degré observé, donné par le calcul suivant, soit pour 50° :

$$\frac{16,471 \times 50}{100} = 8,2355 \text{ sucre par } 100^{cc} \text{ de dissolution.}$$

Cette quantité de sucre équivalent à 100° du saccharimètre de Soleil a été déterminée au début par Soleil et son collaborateur Clerget, et elle a servi, pour tous les expérimentateurs, de règle dans les analyses saccharimétriques; mais, dans la pratique, il est arrivé des cas où certains sucres, qui, cependant, ne pouvaient être considérés comme chimiquement purs, accusaient pour le nombre $16^{gr},471$ plus de 100° au saccharimètre.

En 1850, Dubrunfaut fit une longue et minutieuse étude pour reconnaître la cause de cette anomalie, et après vérification des poids, balances, mesures de capacité, de longueur et d'épaisseur, il détermina avec plus de précision que la quantité de sucre pur, équivalent à 1 millimètre de cristal de roche, était de $16^{gr},35$ pour 100 cent. cubes (1).

En 1865, le professeur Wild, de Berne, proposa, comme résultat de ses expériences, le chiffre de $16^{gr},315$; ce nombre fut confirmé par Stephen (2).

En 1869 (2), Dubrunfaut examina de nouveau la question, et arriva au nombre de $15^{gr},976$ pour l'équivalent rotatoire du cristal de roche et du sucre de canne sec et pur, observé dans les conditions usuelles de la saccharimétrie.

« En laissant de côté, dit Dubrunfaut, les correc-
« tions de l'instrument, on arrive au nombre de $16^{gr},02$,
« c'est-à-dire à un nombre très voisin du chiffre rond
« 16 grammes. Ces particularités justifient donc parfaite-
« ment l'adoption du nombre 16 grammes comme devant
« être très voisin de la vérité. »

(1) Dubrunfaut, *Moniteur scientifique*, du docteur Quesneville, 1850.
(2) Dubrunfaut, *Journal des fabricants de sucre*, du 8 juillet 1869.

En 1876, MM. Aimé Girard et V. de Luynes reprirent l'examen de cette même question, en se servant du saccharimètre à pénombres de Laurent, qui offre une plus grande exactitude que le saccharimètre de Soleil.

« M. Dubrunfaut, il y a quelques années, disent « MM. Girard et de Luynes, dans leur Mémoire à l'Aca- « démie des sciences (1), a le premier émis l'opinion que « ce poids lui-même représentait une prise d'essai trop « forte, et c'est à la même conclusion que nous ont con- « duits, depuis, de nombreuses expériences personnelles.

« Pour le démontrer, nous avons déterminé directe- « ment le pouvoir rotatoire du sucre en faisant usage du « polarimètre à pénombres, variant nos observations par « l'emploi de tubes de 20, de 30 et de 50 centimètres, « que M. Tresca avait soigneusement vérifiés, et opérant « enfin sur des matières aussi pures que possible.

« Les sucres que nous avons soumis à l'essai polarimé- « trique sont de provenances diverses : l'un a été obtenu « par cristallisation d'un produit commercial déjà très « pur, dans l'alcool neutre, et convenablement concentré ; « les autres, pris dans le commerce au maximum de pu- « reté, ont été tantôt essayés en leur état primitif, tantôt « purifiés encore par un lavage à l'alcool et une dissolu- « tion rapide.

« Aucun de ces sucres, au moment de l'essai, ne con- « tenait de sucre réducteur, glucose ou levulose; les « cendres dosées sur 10 grammes n'ont jamais dépassé « 5 dix-milligrammes ; elles sont, par conséquent, négli- « geables.

« Il résulte des expériences faites dans ces conditions « que le pouvoir rotatoire du sucre cristallisable, observé « à la lumière jaune du gaz salé, égale 21°,48 d'arc, ou « pour 100° de l'instrument a 16gr,19 de sucre. »

Ce nombre a été admis dans les laboratoires de l'État, mais la plupart des laboratoires de chimie ont continué de

(1) Aimé Girard et de Luynes, *Journal des fabricants de sucre*, du 10 juin 1875.

se servir du nombre 16gr,35 encore en usage dans les analyses commerciales, et toutes les analyses qui seront reproduites dans cet ouvrage auront pour base de calcul le nombre 16gr,35 de sucre par 100° du saccharimètre de Soleil, ou du polarimètre à pénombres de Duboscq ou de Laurent.

Les saccharimètres les plus généralement employés dans l'analyse des matières saccharifères sont :

1° Le saccharimètre de Soleil-Duboscq;
2° Le polarimètre à pénombres Duboscq ;
3° Les polarimètres à pénombres Laurent;
4° Le saccharimètre Soleil-Wentzke;
5° Le polarimètre de Mitscherlick;
6° Le polarimètre d'Hoffmann.

La graduation de ces divers appareils n'est pas la même et ne présente pas pour un même degré la même quantité de sucre.

Les saccharimètres Soleil-Duboscq et Laurent, et leur polarimètre à pénombres présentent la même graduation, et représentent pour 1 degré = en

sucre.	0gr,1635	par 100cc.	
Et suivant les chimistes de l'État.	0gr,1619	»	
Un degré du saccharimètre Soleil-Wentzke.	0gr,26048	»	
Un degré du polarimètre Mitscherlick..	0gr,7500	»	(1).
Un degré du polarimètre d'Hoffmann..	0gr,1000	»	(2).

Chacun, suivant ses préférences et ses habitudes, fait usage de l'un ou de l'autre de ces appareils, qui tous conduisent au même but; mais il est nécessaire, pour établir les rapports qui existent entre leurs indications, de tenir compte des rapports tels qu'ils viennent d'être établis.

Il peut être nécessaire de s'assurer si la graduation du

(1) *Le Technologiste*. Année 1867.
(2) Henri Soullier, *le Polarimètre Hoffmann à franges*, broch. 1876.

saccharimètre dont on fait usage est exacte, c'est-à-dire si tous les degrés correspondent bien à la même quantité proportionnelle de sucre ; on fait cette vérification de la manière suivante : on prend plusieurs dissolutions préparées avec le même sucre pur, mais en proportions différentes, soit par exemple (1):

L'une contenant par 100 cent. cubes sucre. 16gr,35
Une autre contenant par 100 cent. cubes sucre 8gr,175
Une autre contenant par 100 cent. cubes sucre 4gr,0875

et on les examine au saccharimètre, à la même température et dans le même tube.

Le saccharimètre donnant avec le tube rempli d'eau distillée 0°, donnera :

Avec la solution contenant sucre		16gr,35	=	100°,
—	—	8gr,175	=	50°,
—	—	4gr,0875	=	25°.

On peut multiplier au besoin le nombre des dissolutions sucrées et la proportion de sucre, de manière à obtenir la vérification d'un plus grand nombre de degrés.

1° Dosage du sucre cristallisable par le saccharimètre Soleil par notation directe, méthode Dubrunfaut ; par notation directe et inverse, méthode Clerget.

Il vient d'être établi qu'une dissolution de sucre cristallisable contenant 16gr,35 de sucre par 100 cent. cubes, examinée à l'un des saccharimètres français Soleil-Duboscq ou Laurent, sous une couche de 20 centimètres d'épaisseur, marquera 100° à l'instrument, et que si la dissolution sucrée contient une quantité de sucre cristallisahle ou plus grande ou moins grande pour le même volume, le nombre de degrés indiqués par le saccharimètre sera ou

(1) Dr Scheibler, *Journal des fabricants de sucre*, n° 11. 1867.

plus grand ou moins grand, mais toujours en proportion du sucre cristallisable contenu dans la dissolution.

On peut donc, par l'examen d'une dissolution sucrée au saccharimètre, déterminer exactement la quantité de sucre cristallisable qu'elle contient.

Si, dans le but de transformer le sucre cristallisable contenu dans la dissolution précédente, en sucre incristallisable ou sucre interverti, on ajoute à cette dissolution pour 100 centimètres cubes, on ajoute dis-je, 10 centimètres cubes d'acide chlorhydrique pur, et que l'on mélange bien en agitant, on remarquera, si l'on examine cette dissolution sucrée au saccharimètre, une décroissance successive du pouvoir rotatoire à droite vers le zéro de l'échelle, puis, arrivée à 0°, un mouvement vers la gauche qui s'arrêtera lorsque l'inversion sera complète, vers 38° ; si l'on a soin d'employer à cet examen un tube de 22 centimètres de longueur, pour compenser les 10 cent. cubes qui résultent de l'augmentation du volume du liquide sucré par suite de l'addition de 10 cent. cubes d'acide chlorhydrique employé pour l'inversion.

Cette transformation du sucre cristallisable en sucre incristallisable ou en sucre interverti se nomme inversion.

L'inversion peut se produire à froid, mais elle est beaucoup plus rapide lorsqu'on élève la température de la dissolution sucrée acidifiée ; dans ce cas, il suffit de la maintenir à 68° pendant dix minutes, pour que l'inversion soit complète et que la dissolution de 100° à droite ait passé à 38°, à gauche, à la température de 14° centigrades.

Biot a déterminé le coefficient d'inversion du sucre pur $C^{12}H^{11}O^{11}$ à 14° centigr. à 0,38, c'est-à-dire que : 1 degré de rotation à droite avant l'inversion donne 0°,38 à gauche après inversion, soit 100° à droite = 38 à gauche.

En réunissant les nombres obtenus à droite au saccharimètre avant l'inversion avec les nombres à gauche obtenus après l'inversion du même liquide, soit :

Pour le premier cas	100°
Pour le deuxième cas	38°
on obtient un total de	138°

qui représente la somme des degrés fournis par les deux essais.

Ainsi, dans le premier cas 100° représentent 16gr,35 de sucre pur, et dans le deuxième cas 138° représentent la même quantité de sucre pur, soit 16gr,35.

On désigne la première opération sous le nom de ***notation directe***, et la deuxième sous le nom de ***notation inverse***.

La notation inverse comme la notation directe peut donc servir à déterminer la quantité de sucre cristallisable qui existe dans une dissolution sucrée.

Avec les nombres fournis par l'essai au saccharimètre, soit par la notation directe, soit par la notation inverse, on peut toujours, en prenant ces données comme point de comparaison, déterminer par une simple règle de proportion les quantités de sucre contenues dans 100 cent. cubes de dissolution, et en multipliant ce nombre par 10, on trouve la quantité de sucre cristallisable par litre du liquide sucré analysé, comme l'établissent pour les deux méthodes les calculs suivants :

Un liquide sucré ayant donné par notation directe 70°, et par notation inverse 96°,50, accusera par notation directe :

$$\frac{16,35 \times 70}{100} = 11^{gr},445 \text{ de sucre pur par 100 cent. cubes,}$$

soit par litre de dissolution sucrée

$$11,445 \times 10 = 114^{gr},45,$$

accusera par notation inverse :

$$\frac{16,35 \times 96,6}{138} = 11,445 \text{ de sucre pur pour 100 cent. cub.,}$$

soit par litre de dissolution sucrée :

$$11,445 \times 10 = 114^{gr},45.$$

La notation directe ainsi que la notation inverse, opérée sur une dissolution ne contenant que du sucre cristalli-

sable, accuse toujours la même quantité de sucre ; mais cette quantité n'est plus égale dans les deux notations lorsque le liquide analysé contient d'autres sucres ayant un pouvoir rotatoire, soit à droite, soit à gauche. S'il arrive que le nombre fourni par les deux notations réunies accuse un exédent de sucre sur la notation directe, on pourra en conclure qu'il existe dans la dissolution un sucre ou une matière à rotation à gauche qui a pu affaiblir la rotation à droite du sucre cristallisable et altérer son dosage.

Si au contraire la somme des deux rotations réunies indiquait une moins grande quantité de sucre que la notation directe, c'est qu'il s'y trouverait un sucre ou toute autre matière ayant un pouvoir rotatoire à droite venant ainsi exagérer le pouvoir rotatoire à droite du sucre cristallisable.

Dans ces deux cas, la notation directe donne les résultats les plus approximatifs ; pour obtenir plus de précision dans le dosage du sucre cristallisable, il faut alors avoir recours à d'autres méthodes sur lesquelles j'aurai l'occasion de revenir.

Enfin, si cette quantité de matières étrangères au sucre cristallisable, douée elle-même de propriétés rotatoires à droite, était suffisante pour annuler le pouvoir rotatoire à gauche du sucre interverti correspondant au sucre cristallisable contenu dans le liquide analysé ; par exemple, si le pouvoir rotatoire à droite, au lieu de passer à gauche par l'inversion, restait à droite, il suffirait, pour déterminer la quantité de sucre cristallisable, de retrancher des degrés obtenus par la rotation directe les degrés constatés après l'inversion par la notation inverse : le nombre obtenu représentera la valeur de l'inversion, c'est-à-dire le nombre de degrés afférent au sucre interverti correspondant au sucre cristallisable contenu dans la dissolution ; soit par exemple :

Une dissolution donnant par notation directe. 90°
La même dissolution après inversion, par notation inverse . . . . 20°

Soit valeur de l'inversion . . . . 70°

qui serviront à déterminer la quantité de sucre cristallisable contenu dans la dissolution analysée, soit :

$$\frac{16,35 \times 70}{138} = 8^{gr},30$$ de sucre cristallisable par 100 cent. cubes, soit par litre 8,30 × 10 = sucre cristallisable pur : 83 grammes.

Il est une propriété du sucre interverti dont il n'a pas encore été parlé ici, qu'il est très important de connaître et dont il est indispensable de tenir compte dans le dosage du sucre par la notation inverse : c'est la propriété que possède le sucre interverti d'être influencé dans sa rotation à gauche sous l'influence de la chaleur.

Ainsi, tandis que les propriétés rotatoires d'une dissolution ne contenant que du sucre cristallisable ne subissent qu'une très légère influence qui peut être complètement négligée dans l'analyse par notation directe, sous l'influence de l'élévation de température du liquide soumis à l'analyse, les propriétés rotatoires du sucre interverti, au contraire, subissent une réduction régulière à mesure que la température de la dissolution s'élève.

Mitscherlick a signalé le premier ce fait important,

Clerget l'a également étudié, et a donné des tables de correction qui indiquent les variations de rotation qu'éprouvent les dissolutions sucrées contenant depuis $1^{gr},64$ jusqu'à $214^{gr},21$ de sucre par litre, pour tous les degrés de température compris entre 10° et 35° centigrades.

Ainsi une dissolution de sucre correspondant aux nombres déjà indiqués ci-dessus, c'est-à-dire à $16^{gr},35$ de sucre par 100 cent. cubes, ou, suivant les nombres de Clerget, $16^{gr},47$, soit $164^{gr},70$ par litre, donne à 10° de tempéra-

ture une notation inverse de 139°, et à 35° une notation inverse de 126°,4 (1).

La dissolution sucrée intervertie avait donc perdu, en passant de 10° à 35°, 12°,6 de rotation.

Nous renvoyons pour l'usage des tables de Clerget à sa brochure et aux différents ouvrages qui l'ont reproduite (2).

Dubrunfaut, qui a fait une étude approfondie du sucre interverti, de ses propriétés et de sa composition, a donné le coefficient de réduction des propriétés rotatoires de ce sucre sous l'influence de la chaleur (3), à l'aide duquel il est facile de calculer l'influence de la chaleur dans l'analyse des dissolutions sucrées par l'inversion et la notation inverse, et de ramener les résultats obtenus à un degré de température unique servant de point de comparaison.

D'après les expériences de Dubrunfaut, 100 grammes de sucre pur dissous dans l'eau distillée, de manière à donner une dissolution de 1 litre à 14° +, donnent une rotation à droite, au saccharimètre de Soleil, de 61°,4, et, par l'inversion, une rotation à gauche de 24° à 14° +, à la même température.

Si donc on veut ramener à 14° de température + la rotation à gauche d'un liquide interverti, examiné à une température plus élevée que 14°, on y arrivera facilement par les calculs suivants :

Si l'on prend pour exemple un liquide donnant 20° de rotation à gauche, à la température de 22° =, on trouve que l'influence de la température a réduit la rotation de $1,31 \times 8 = 10,48$ p. 100° de rotation à gauche.

La rotation à gauche doit donc être augmentée de 10,48 p. 100, soit pour 20° à gauche :

$$\frac{10,48 \times 20}{100} = 2°,096,$$

(1) Clerget, *Analyse des sucres et des substances saccharifères*, brochure, 1846.

(2) Pelouze, *Traité de chimie*, t. V, p. 92 et suiv. Année 1863.

(3) Dubrunfaut, *Comptes rendus de l'Académie des sciences*, juillet 1846, page 38.

par conséquent, la rotation réelle du liquide examiné, ramené à la température de 14° centigrades +, serait de $20 + 2{,}096 = 22°{,}096$ à gauche.

Cet exemple suffit pour indiquer la marche à suivre dans le dosage du sucre cristallisable par la méthode Clerget.

La méthode de dosage du sucre cristallisable au saccharimètre après inversion, par notation inverse, qui vient d'être décrite, n'est plus guère employée dans les analyses des matières sucrées, et particulièrement de la betterave et de ses dérivés, jus, sirops et mélasses; depuis surtout que Dubrunfaut a établi que le jus de cette racine contenait le plus souvent de l'asparagine qui, ayant un pouvoir rotatoire à gauche, passant à droite par l'inversion, faussait ainsi non seulement la notation directe mais encore la notation inverse, et que, dans tous les cas, la notation directe était plus exacte et par conséquent préférable (1).

On a même contesté l'exactitude et l'utilité du saccharimètre dans l'analyse des matières sucrées avec la notation directe, surtout en Allemagne.

Ainsi on a trouvé que, dans la fabrication du sucre de betterave, en dosant le sucre contenu dans la betterave entrant en fabrication pendant toute une campagne et le portant au débit du compte sucre, et dosant tout le sucre qui sort de la fabrication sous ces diverses formes : sucre fabriqué, sucre resté dans les mélasses, dans les pulpes, dans les écumes, dans le noir, et portant les différents nombres obtenus au crédit du même compte, on trouve un déficit, une perte en sucre, qui ne peuvent se justifier que par de fausses indications du saccharimètre.

On a même remarqué qu'au commencement de la fabrication, les erreurs attribuées au saccharimètre donnaient un déficit, et, à la fin de la campagne, un excédent sur le sucre sorti.

(1) Dubrunfaut. — *Loco citato.*

Ces différences, que j'aurai l'occasion de signaler et d'étudier dans la suite de cet ouvrage, ont engagé divers chimistes à donner la préférence pour le dosage du sucre cristallisable, à d'autres procédés, et particulièrement au procédé Barreswil.

Malgré ces critiques, l'usage du saccharimètre est devenu général, surtout en France, où il sert de base aujourd'hui pour déterminer la valeur fiscale et commerciale des sucres de betterave et de canne, et dans l'analyse des matières saccharifères.

2. — *Pratique du saccharimètre Soleil, par M. Duboscq.*

MANIPULATION DU SACCHARIMÈTRE.

(Voir planche I.)

« Considéré au point de vue pratique, le saccharimètre est un instrument extrêmement simple. Les employés de l'Administration, les fabricants de sucre et les raffineurs n'ont besoin d'y voir qu'un tube formé de trois parties, dont deux fixes (*fig.* 1), AB et CD; l'autre mobile, que l'on insère entre B et C, et qui est tantôt le tube simple BC (*fig.* 2), long de 20 centimètres, tantôt le tube B'C' (*fig.* 3), long de 22 centimètres, et muni d'un thermomètre T. Ces tubes sont destinés à contenir la dissolution sucrée dont on veut déterminer le titre par le procédé qui sera exposé dans la seconde partie de cette instruction.

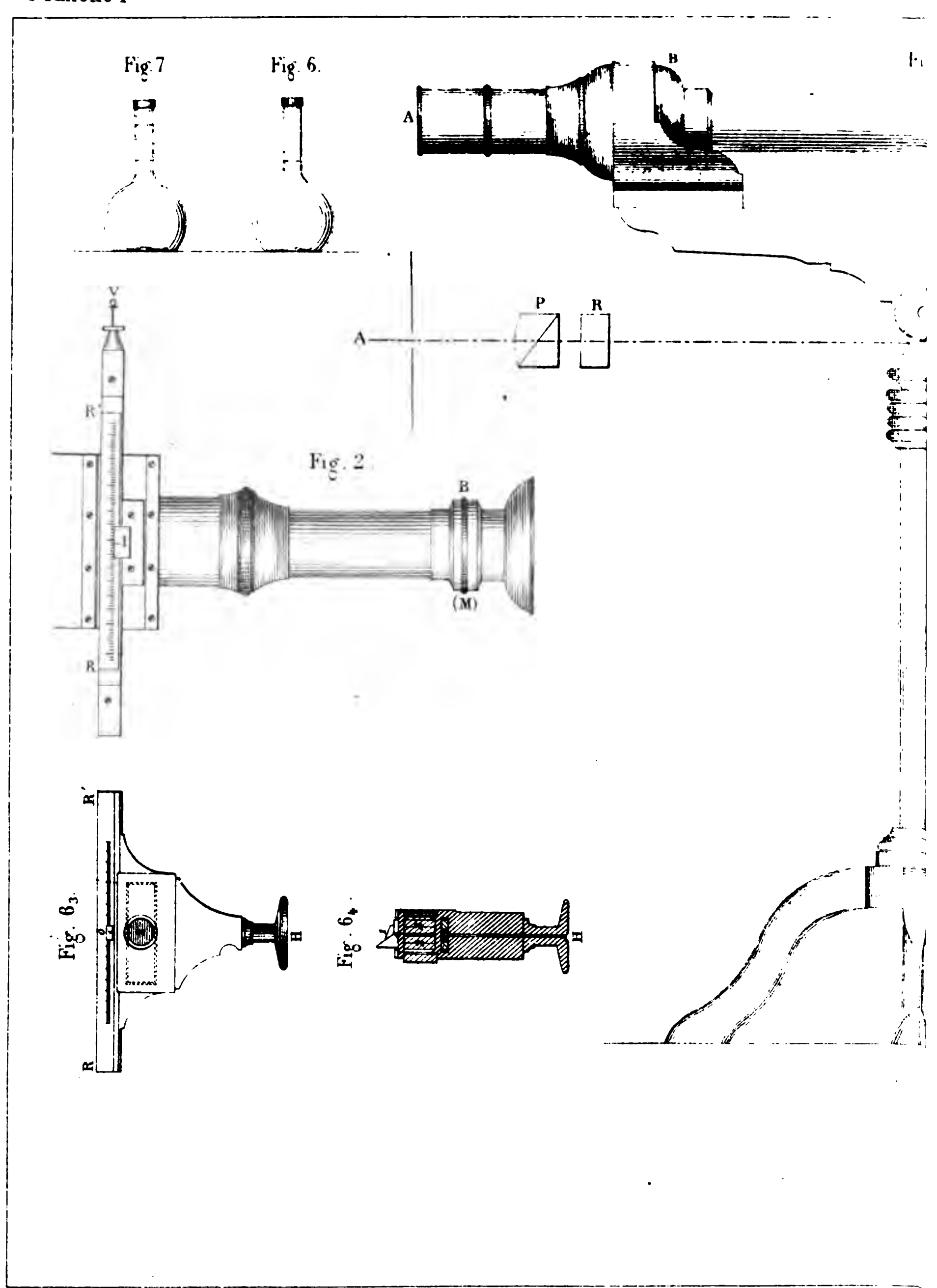
Les pièces mobiles ou organes sur lesquels l'opérateur doit agir sont :

1° Le petit tube mobile, ou porte-oculaire D'D (*fig.* 1), contre lequel on applique l'œil, et qu'on enfonce ou retire jusqu'à ce qu'on réussisse à voir distinctement à travers le liquide;

2° Le petit bouton V (*fig.* 2), qui sert à régler l'instrument, c'est-à-dire à faire coïncider le zéro de l'échelle avec le zéro de l'indicateur;

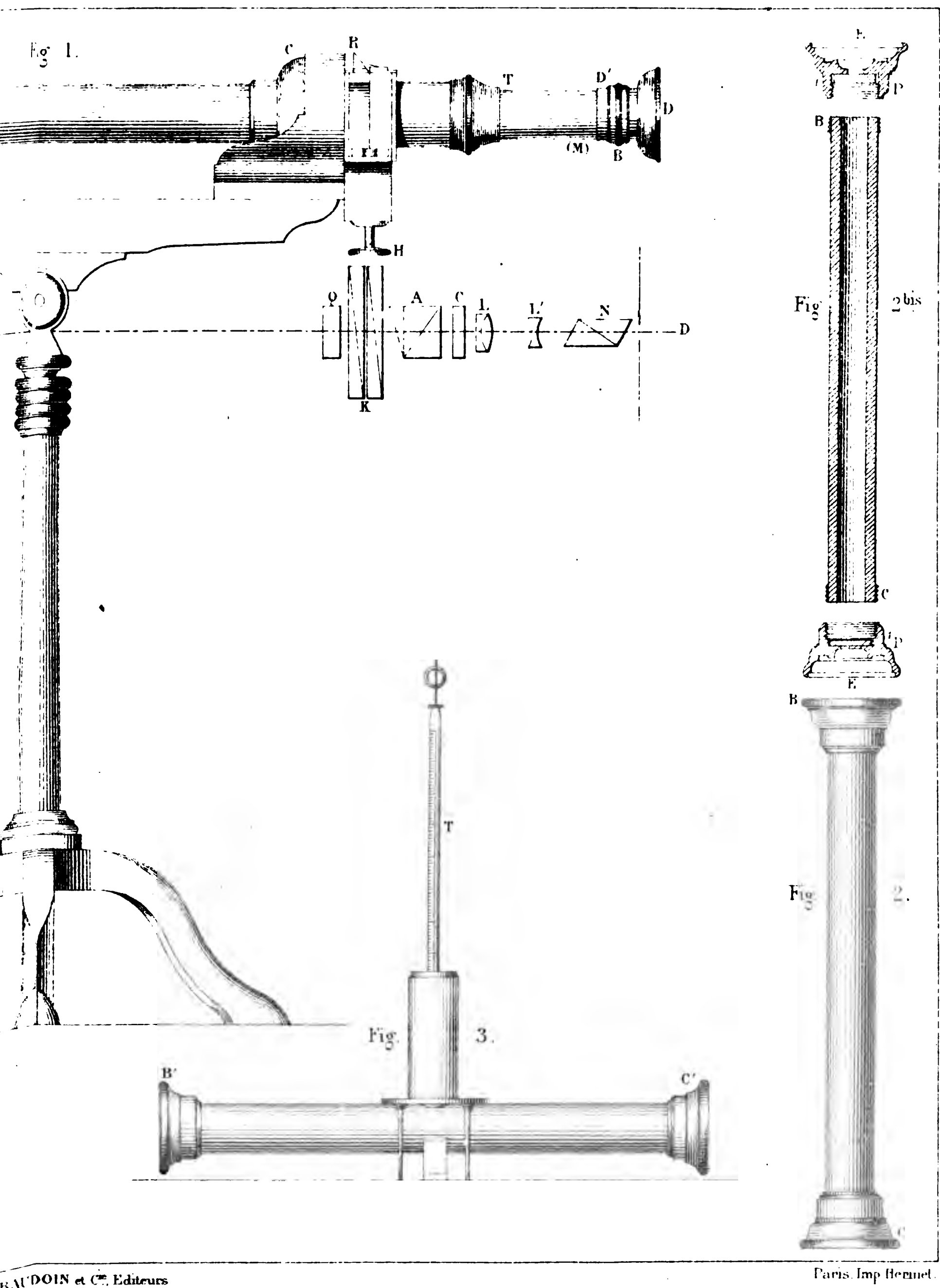
3° Le grand bouton à axe vertical H (*fig.* 1), par lequel on rend uniforme la teinte observée;

Planche I



Gravé par L. Sonnet, 99, Boul.d St Germain

Librairie L. BAU



BAUDOIN et Cie Éditeurs

Paris. Imp Hermet.

4° L'anneau moletté B (*fig.* 1 et 2), à l'aide duquel on donne à cette même teinte la couleur qui se prête le mieux à une évaluation précise;

5° Enfin la règle divisée RR', sur laquelle on lit le nombre qui donne la richesse en sucre du liquide soumis à l'examen.

MANIÈRE D'OPÉRER.

1° Devant l'ouverture du saccharimètre, on place une lampe, de telle façon que la lumière qui en émane traverse l'axe de l'instrument;

2° On remplit d'eau pure un tube semblable à celui qui contient la solution sucrée, et on le met dans l'appareil, à la place qui lui est réservée, entre la partie oculaire et la partie objective; puis, appliquant l'œil en D, on enfonce ou on retire le tube mobile D'D, jusqu'à ce qu'on voie distinctement, à l'extrémité du saccharimètre tournée du côté de la lampe, une surface circulaire ou disque partagé en deux moitiés égales, colorées d'une seule et même teinte, ou deux teintes différentes, et séparées l'une de l'autre par une ligne noire qui doit apparaître bien tranchée et bien nette;

3° Si, comme comme cela arrive en général, les deux demi-disques n'ont pas la même teinte ou nuance, on tourne le grand bouton horizontal H, soit de gauche à droite, soit de droite à gauche, jusqu'à ce que les teintes des deux demi-disques soient parfaitement identiques, et que l'œil ne puisse plus discerner entre elles aucune différence;

4° Ce n'est point assez que les deux demi-disques aient la même teinte ou couleur : il faut de plus, pour que l'opération ait tout le degré d'exactitude possible, que cette teinte uniforme soit la teinte la plus *sensible.* Cette teinte la plus sensible n'est pas la même pour tous les yeux.

Voici comment chacun reconnaîtra celle qui est propre

à son œil, et avec laquelle il devra toujours opérer. Si, en même temps qu'on applique l'œil contre l'ouverture D du saccharimètre, on fait tourner l'anneau moletté B, on voit que la couleur des demi-disques change sans cesse et qu'elle ne redevient la même qu'après un demi-tour. Admettons qu'on s'arrête ou qu'on cesse de tourner quand les deux demi-disques sont colorés d'une teinte jaune qui paraît identique ; à partir de ce moment, en faisant tourner très doucement l'anneau moletté B dans le même sens, on fait succéder le vert au jaune, le bleu au vert, l'indigo au bleu, enfin le violet à l'indigo. En regardant attentivement, on rencontre quelquefois une certaine nuance, pour laquelle l'uniformité de teinte, établie primitivement pour le jaune, n'existe plus; on perçoit alors une différence entre les deux demi-disques qu'on n'avait pas saisie d'abord. La même épreuve, répétée plusieurs fois et à des jours différents, permet de constater que la teinte, qui présente une différence là où, avec une autre couleur, on voyait l'égalité ou l'uniformité de nuance, est toujours la même ; or cette teinte est pour l'observateur la teinte la plus *sensible;* il devra donc s'y attacher, et prendre toujours son pointé sur elle. Pour le plus grand nombre des yeux, la teinte sensible est une nuance *bleu violacé* qui rappelle la couleur de la *fleur du lin;* mais il n'est pas rare de rencontrer des personnes pour lesquelles, ce qui d'ailleurs est une sorte d'anomalie, la teinte la plus sensible est le *jaune* ou une autre couleur brillante. La couleur bleu violacé, dont nous venons de parler, jouit de cette propriéte que si, lorsqu'on la regarde, on fait tourner infiniment peu l'anneau moletté B, l'un des demi-disques passe subitement au rouge et l'autre au vert. Cela posé, en faisant tourner convenablement le bouton H, et l'anneau moletté B, l'observateur ne s'arrêtera que lorsque les deux demi-disques seront colorés très uniformément de la même teinte sensible que nous lui avons appris à reconnaître, avec laquelle il sera bientôt familiarisé ;

5° On regardera si, sur la règle divisée, la ligne ou trait zéro coïncide exactement avec le trait ou ligne noire de

l'indicateur I. Si la coïncidence n'est pas parfaite, on l'établira en faisant tourner, soit de haut en bas, soit de bas en haut, le petit bouton V.

L'instrument une fois réglé, l'on peut procéder à la détermination de la richesse et du titre de la dissolution sucrée;

6° On retire le tube rempli d'eau et on lui substitue le tube rempli de la dissolution sucrée, c'est-à-dire BC, si l'on opère directement; B'C', si l'on opère après ***inversion***. En regardant alors dans l'instrument, on voit que l'uniformité de teinte n'y existe plus, et que les deux demi-disques sont colorés de nuances différentes. On rétablit l'uniformité en faisant tourner le grand bouton horizontal H, jusqu'à ce que les deux nuances soient parfaitement identiques.

Comme la solution sucrée est le plus souvent colorée, la teinte uniforme rétablie n'est pas, en général, la teinte sensible, à laquelle il faut cependant revenir, et que la couleur propre de la dissolution a fait disparaître : on fera donc tourner aussi le bouton moletté B pour ramener la teinte sensible; cette teinte revenue, l'égalité de nuance des deux demi-disques, que l'on croyait avoir établie, pourra sembler moins parfaite, et il faudra faire tourner encore une fois le bouton horizontal H pour la rendre aussi absolue que possible;

7° La teinte des deux demi-disques étant bien uniforme, bien égale, et cette teinte étant bien la teinte sensible, il ne reste plus qu'une chose à faire : c'est de regarder, sur la règle divisée RR', à quel trait ou à quelle division de l'échelle correspond le trait de l'indicateur : le nombre correspondant à cette division donne immédiatement, en ***centièmes*** le titre ou la richesse de la solution sucrée.

PREMIÈRE REMARQUE. — Tous ceux qui, opérant pour la première fois avec le saccharimètre, se sont plaints de n'avoir rien vu ou d'avoir vu confusément, avaient oublié de mettre au point, c'est-à-dire d'enfoncer ou de retirer l'oculaire ou tube mobile DD', jusqu'à voir distinctement la raie noire qui sépare les deux demi-disques.

Deuxième remarque. — Tous ceux qui, ayant bien préparé leur dissolution, et ayant bien vu dans le saccharimètre, sont arrivés à des évaluations trop fortes ou trop faibles de plusieurs centièmes, avaient négligé de faire bien coïncider la ligne I, ou index de la règle divisée, avec le trait zéro de l'échelle. L'erreur du point de départ s'est retrouvée à la fin de l'opération.

Troisième remarque.—Ceux qui, après avoir bien suivi les instructions qu'ils avaient reçues, se trompent habituellement d'un centième ou d'un demi-centième, ne se sont pas assez exercés à reconnaître leur *teinte sensible*, et, par conséquent, ne rétablissent pas avec assez d'exactitude l'uniformité ou l'égalité de nuance des deux demi-disques.

Si l'on a bien mis au point, c'est-à-dire si l'on distingue parfaitement la ligne noire ; si l'on a bien mis à zéro, c'est-à-dire si la ligne noire I, ou l'index de la règle divisée, correspond bien au trait 0; si l'on a réellement opéré avec la teinte la plus sensible et établi l'égalité des nuances avec un très grand soin, on obtiendra infailliblement les mêmes indications dans les mêmes circonstances; en opérant avec une même solution sucrée, on lira sur la règle divisée le même nombre, et ce nombre sera, à moins d'un centième près, le titre réel du sucre essayé.

Préparation de la dissolution de sucre pur destinée à la vérification du saccharimètre.

Dissolution normale du sucre pur. — Une dissolution dans l'eau de 16gr,350 de sucre candi parfaitement sec et pur, étendue d'eau de manière à occuper un volume de 100 centimètres cubes, et observée dans un tube de 20 centimètres de longueur, marque au saccharimètre 100 degrés; c'est-à-dire que lorsque, après avoir rempli avec cette dissolution le tube BC, on opère comme il a été dit dans la première partie de cette instruction, l'index ou la ligne I sur la règle divisée correspond à la division 100.

Pour préparer cette dissolution normale, il convient de se servir d'un petit ballon ou matras (*fig.* 6) jaugé à l'avance, ou sur le col duquel on a marqué un trait que le liquide doit atteindre pour que son volume soit exactement égal à 100 centimètres cubes.

3. — *Saccharimètre à pénombres, par M. Duboscq.*

La saccharimétrie optique repose tout entière sur la propriété que possèdent les matières sucrées de faire tourner d'un certain angle plus ou moins considérable le plan de polarisation d'un faisceau de lumière simple qui les traverse.

La bonté d'un saccharimètre dépend du degré de précision avec lequel il permet de mesurer l'angle dont le plan de polarisation de la lumière simple incidente a été tourné par le sucre qu'on étudie.

Dans les premiers saccharimètres, on cherchait à éteindre par un analyseur (prisme de Nicol, etc.) la lumière simple polarisée qui avait traversé le sucre ; mais le point exact de l'extinction *maxima* était très difficile à saisir, et, par conséquent, les résultats des mesures comportaient des erreurs trop considérables.

L'emploi de la plaque de quartz à deux rotations et du compensateur à épaisseur variable imaginé par M. Soleil a permis de donner à l'instrument un très haut degré de sensibilité.

Cependant l'œil y étant appelé à estimer de très légères différences de coloration entre deux lunules contiguës, il est possible que pour certaines vues cette appréciation soit difficile. On peut avoir recours dans ce cas au saccharimètre à pénombres.

Le saccharimètre à pénombres, dont le principe a été imaginé par M. Jellet (1), exige l'emploi d'une lumière

(1) « M. Duboscq, dans le saccharimètre à pénombres, a utilisé cette « donnée fort ingénieuse de M. Jellet, de Dublin, que la lumière polarisée

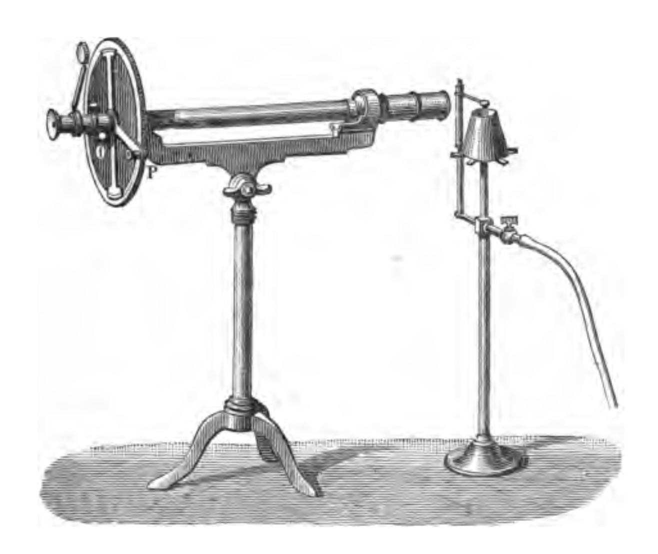
simple, et ne présente plus à l'œil deux couleurs différentes à comparer, mais deux intensités sensiblement différentes d'une seule et même couleur, ce qui permet à l'organe visuel d'en reconnaître bien plus exactement les moindres variations. Il faut encore ajouter que, par la construction même de l'appareil polariseur, les variations d'intensité des deux moitiés du champ lumineux sont très rapides pour de très petits changements angulaires de l'analyseur, ce qui permet de saisir avec plus d'exactitude le point de l'égalité et par conséquent l'angle exact dont le sucre a fait tourner le plan de polarisation des rayons simples incidents.

Afin d'avoir de la lumière simple (ce qu'il serait assez difficile d'obtenir autrement), on place devant le saccharimètre une flamme à gaz brûlant à bleu qu'on obtient facilement avec un brûleur dit *de Bunsen*, dans lequel on a introduit assez d'air pour en faire disparaître la partie la plus lumineuse. On plonge et l'on maintient dans cette flamme, pendant toute la durée des expériences, une petite corbeille en platine contenant un sel de soude (le sel de cuisine fondu, par exemple). Il se produit de la sorte une lumière jaune sensiblement homogène et assez vive pour que l'œil puisse en apprécier les moindres variations sans en être ébloui.

Quand on veut employer le saccharimètre, il est bon d'éliminer toute lumière étrangère en opérant dans un endroit éclairé seulement par la flamme jaune de sodium.

« par son passage au travers d'un prisme de Nicol possède la propriété « caractéristique de s'éteindre lorsqu'on essaye de lui faire traverser un « second prisme de Nicol dont la section principale est perpendiculaire « à celle du premier. Si le second prisme est d'abord placé dans la même « situation que le premier, leurs sections parallèles, la lumière qui tra- « verse le premier, passe à travers le deuxième, comme s'il n'existait pas, « et l'œil placé derrière leur assemblage voit clair, comme sans obstacle; « mais si l'on tourne peu à peu le second prisme, la lumière s'affaiblit de « plus en plus, et quand la section principale du deuxième prisme arrive « *à croiser* celle du premier, la lumière disparaît et l'œil ne voit plus « qu'une obscurité profonde, sinon complète. C'est ce fait qui a été utilisé « par M. Jallet. » (Maumené, *Journal des fabricants de sucre*, des 1er et 8 août 1872.

On commence alors par disposer l'axe de l'instrument dans la direction de la flamme, en interposant le tube BC rempli d'eau pure entre le polariseur tourné vers la lumière et l'analyseur tourné vers l'œil.



On amène ensuite le zéro du vernier en coïncidence avec le zéro du cercle divisé, et l'on observe attentivement si les deux moitiés du disque éclairé, vu à travers la petite lunette oculaire, mise au point pour l'œil de l'observateur de manière à distinguer nettement la ligne de séparation de ces deux moitiés (1), paraissent avoir absolument la même intensité.

Si le disque n'avait pas la même intensité des deux côtés de sa ligne moyenne, on rectifierait l'instrument en tournant un peu dans un sens ou dans l'autre le bouton moletté O qui se trouve sur le côté de la petite lunette et qui agit sur un prisme de Nicol situé au-devant de l'objectif. Une fois le disque ramené à l'égalité de ton dans

(1) Voyez première remarque, p. 69.

toute sa surface, le zéro du vernier étant bien sur le zéro du cercle, on peut procéder à l'étude des-solutions sucrées.

Il faut pour cela préparer ces solutions comme s'il s'agissait de l'ancien saccharimètre, et en remplir le tube qui se trouve entre le polariseur et l'analyseur de l'instrument. Le tube une fois rempli et remis en place, on remet l'œil à la lunette et on voit que l'égalité de ton des deux demi-disques n'existe plus, l'une de ces deux moitiés paraissant plus éclairée que l'autre. On saisit alors le bouton moletté P, qui est au bout de l'alidade du cercle gradué, et en le tournant doucement d'un côté, on observe si l'inégalité de ton des lunules augmente ou diminue. Si cette inégalité augmente, il faut tourner en sens opposé; si elle diminue, on n'a qu'à la faire disparaître en tournant très lentement le bouton jusqu'à ce que l'œil ne distingue plus de différence entre les deux pénombres accolées.

L'appareil étant construit plus spécialement pour l'étude du sucre cristallisable, on peut même s'épargner le petit tâtonnement dont nous venons de parler, en faisant mouvoir immédiatement l'alidade du côté qui porte l'indication : « Sucre cristallisable ».

Il est toujours facile d'obtenir de la sorte l'égalisation lumineuse du champ. Le nombre de la partie supérieure du limbe divisé devant lequel s'arrête le zéro du vernier exprime alors, sans autres calculs, comme dans le saccharimètre Soleil, la quantité de sucre cristallisable contenue dans la dissolution. Ce mode de graduation du saccharimètre à pénombres a été imaginé et appliqué d'abord par M. Duboscq.

La division en degrés qu'on voit à la partie inférieure du cercle est destinée aux recherches de laboratoire, et permet d'exprimer en degrés et fractions de degré l'angle dont la matiere soumise à l'étude a fait tourner à droite ou à gauche le plan de polarisation primitif de la lumière incidente. Il est inutile de lire ces indications dans les essais industriels.

A défaut de gaz d'éclairage et de brûleur de Bunsen,

on peut employer une lampe à alcool salé, activée par une éolypile qu'on peut facilement se procurer avec le saccharimètre.

Si l'on employait pour les observations, soit la lumière du jour, soit celle d'une lampe ordinaire ou du gaz d'éclairage ou de toute autre source qui ne serait pas monochromatique, c'est-à-dire d'une seule couleur, on ne parviendrait jamais à égaliser la pénombre des deux demi-disques du champ, parce que l'analyseur en tournant éteindrait toujours du même coup une couleur différente dans chaque demi-disque, et y laisserait par conséquent subsister un mélange complémentaire différemment coloré.

4. — *Saccharimètres et polarimètres Laurent.*

Je me bornerai à extraire de la notice de M. Laurent qui accompagne son saccharimètre, les indications spéciales à cet instrument dont il fabrique plusieurs modèles, en renvoyant à sa brochure pour tout ce qui concerne les accessoires : brûleurs, etc.

DES MODÈLES D'APPAREILS (1), PAR M. LAURENT.

« 1° Modèle à une division, en centimètres de sucre, avec vernier donnant les dixièmes de division, c'est-à-dre les millièmes de sucre, pour sucreries.

2° Même modèle avec deux divisions, celle ci-dessus et la division en 360°, pour laboratoires, ou la division Vivien pour sucreries (quand on la demande spécialement).

3° Le grand modèle sur règle en bronze (fig 6), en forme de V, avec bonnettes alésées, également à deux divisions de plus ; la division en 360° est complète, ou la

« (1) Pour la théorie, consulter le *Bulletin de la Société d'encouragement pour l'industrie nationale*, n° 36, tome III, 3e série, le *Journal de physique*, dirigé par M. d'Alméida, tome VIII, n. 89, mai 1879, et ma note à l'Académie, du 20 octobre 1879. »

division Vivien. On peut employer des tubes variant de 20 à 50 centimètres, sans toucher au polarisateur ni au brûleur. On l'emploie pour la diffusion et pour tous les autres cas.

Les brûleurs à gaz et l'éolypile s'emploient indistinctement avec chacun de ces trois modèles, et se placent à 20 centimètres du polarisateur.

On peut transformer tous les saccharimètres à pénombres déjà construits.

TABLEAU DES DIVISIONS.

Division en centièmes de sucre. — Elle correspond à la rotation du plan de polarisation, pour les rayons jaunes, d'une plaque de quartz perpendiculaire à l'axe de 1 millimètre d'épaisseur juste. C'est celle de l'ancien saccharimètre Soleil.

100 divisions centièmes de sucre = **21°,67** ou **21°,40'**.

On l'emploie aussi pour les urines diabétiques.

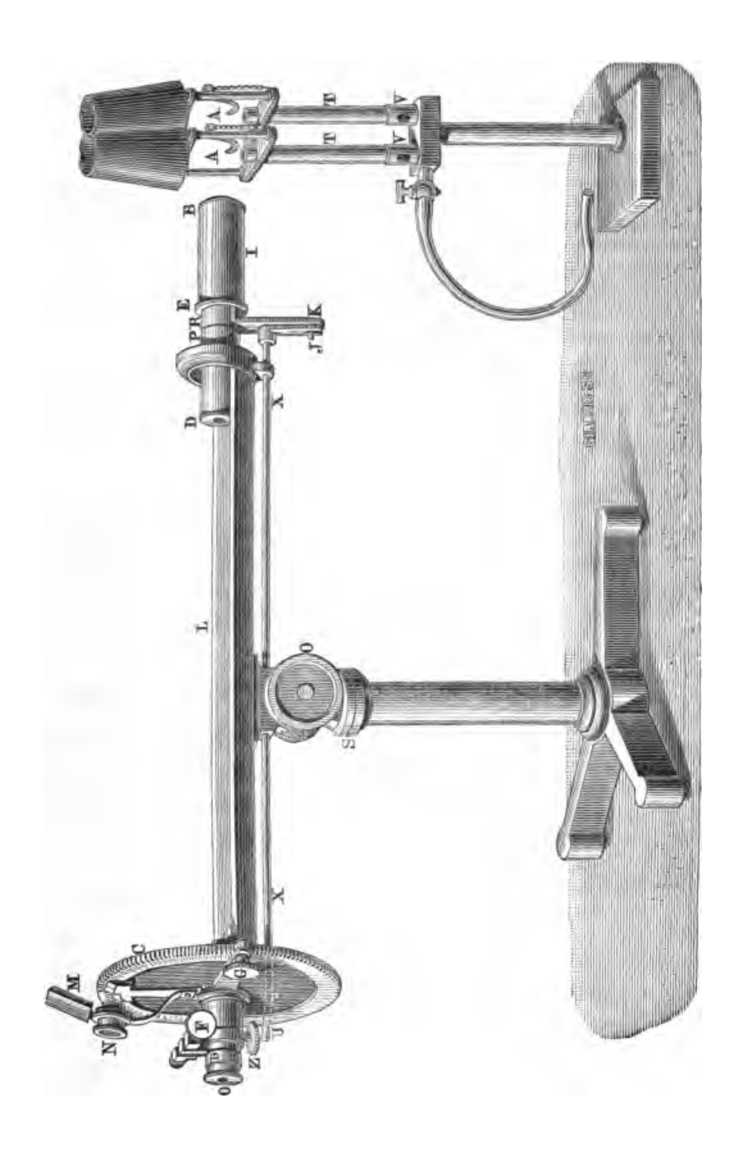
1 division = 2gr,22 de sucre dissous dans un litre d'urine.

Division Vivien. — 162 divisions Vivien = 100 divisions centièmes de sucre.

Prise d'essai. — 16gr,2 de sucre chimiquement pur dissous dans 100 centimètres cubes d'eau et mis dans un tube de 20 centimètres ou une plaque de quartz type de 1 millimètre :

marquent	100	avec la division	centièmes de sucre ;
—	162	—	Vivien ;
—	21°,40	—	en 360°.

Sur les cadrans, la division en centièmes de sucre est toujours celle intérieure.


A
A
T
T
V
V
B
I
E
PR
K
J
D
X
L
O
S
X
C
M
N
F
G
U
Z
O

LÉGENDE EXPLICATIVE.

Le saccharimètre et polarimètre grand modèle et le brûleur sont représentés figure 1 en expérience et vus de côté.

A, flammes monochromatiques jaunes; leur milieu est placé à 20 centimètres de B.

B, lentille éclairante, visse sur le tube I.

I, tube noirci, porte la lentille B et visse sur E.

E, barillet, porte un diaphragme à petit trou, lequel reçoit une bonnette contenant un cristal de *bichromate de potasse*, destiné à rendre la flamme plus monochromatique.

Quand les liquides sont jaunes, mais limpides, on ne met pas le bichromate. Il ne sert que lorsque les liqueurs sont incolores.

R, tube portant le levier K, il entre dans P et porte un tube renfermant le polariseur et une lentille qui se devisse.

P, tube fixé sur la règle L.

D, diaphragme recouvert, sur une moitié, par une plaque de quartz, que l'on vise avec la lunette de Galilée OH.

K, levier fixé sur le tube polariseur R et rendu mobile par la manivelle J.

J, manivelle fixée sur la tige X.

X, tige portant la manivelle J et le levier U.

U, levier fixé sur X, fait tourner le polariseur par l'intermédiaire de J et K, afin de donner plus ou moins de lumière.

Si le *liquide* est *peu coloré*, le *levier* est *levé* jusqu'à l'arrêt. S'il est coloré, on baisse plus ou moins ce levier. En agissant sur ce levier, on ne *change pas le zéro*.

L, règle en bronze en forme de V de 60 cent. de longueur, rabotée et alésée.

G, cadran portant les divisions et l'alidade.

M, miroir renvoyant la lumière du bec sur les divisions, il évite l'emploi d'une lumière auxiliaire.

H, tube oculaire, entre dans celui qui porte l'alidade. Il possède un mouvement angulaire.

F, bouton de réglage, pour établir l'égalité de tons, lorsque le zéro du vernier coïncide avec celui de la division correspondante. Il pousse le tube H, et un fort ressort antagoniste le ramène.

Z, bouton de serrage pour fixer le tube H, quand on a bien établi le zéro. Il n'existe ordinairement pas.

O, bonnette du tube oculaire, mobile dans H, sert à mettre au point.

MANIPULATION.

Grand modèle, n° 3.

Le levier U (fig. 1), étant levé jusqu'à son arrêt et le bouton moletté Q serré modérément, on dirige l'appareil vers la flamme A, aussi bien que possible ; on finira plus tard de déterminer exactement sa direction.

Il n'est pas nécessaire, dans cet instrument, de commencer avec un tube rempli d'eau.

On regarde à travers la loupe N, que l'on sort ou rentre, jusqu'à ce que l'on voie nettement les divisions qui se trouvent alors éclairées par le réflecteur M, lequel renvoie sur elles la lumière de la flamme A, car il est préférable d'opérer dans l'obscurité.

Alors on amène le zéro du vernier sur la 7e division environ, à droite ou à gauche du zéro de la division en centièmes de sucre (ou sur 1° et demi environ, si l'on agit avec la division en demi-degrés), et cela, en tournant le bouton moletté G.

Ensuite on regarde à l'oculaire O et l'on a l'apparence d'un disque divisé en deux moitiés, l'une jaune clair, l'autre noir jaunâtre, et l'on sort ou l'on rentre le tube O, de manière à voir leur séparation bien nette, et sans s'occuper des bords du diaphragme. Ce pointé est très important pour bien établir, plus tard, l'égalité de tons: mieux il est fait et plus l'appareil est sensible.

Il est bon de faire ressortir ici que, par suite de l'emploi de cette lame mince dont le bord est parfaitement net et tranchant, les deux demi-disques ne sont pas séparés, soit par une ligne noire, soit par une ligne noire et blanche; ils sont rigoureusement tangents; la moindre différence de tons entre eux est appréciée; et quand on fait l'égalité de tons, on n'a plus aucune ligne de séparation. Ce détail a une très grande importance pratique, et concourt certainement à accroître la sensibilité relative de ce saccharimètre.

On prend alors, de la main gauche, l'appareil par la règle, en L, par exemple, et, de la main droite, on saisit le tube H entre le pouce et l'index, et, appuyant l'œil sur ces doigts, on dirige (tout en regardant) l'appareil vers l'endroit qui fait paraître le disque le mieux éclairé, par petits mouvements, en haut, en bas, à droite, à gauche, etc. L'appareil possède pour cela deux axes de rotation en Q et S, à mouvements gras. On doit s'assurer, de temps en temps, si l'on est toujours bien dirigé vers le maximum de lumière.

On regarde de nouveau à travers la loupe N et on agit sur le bouton G pour faire coïncider, cette fois, bien exactement, le zéro du vernier avec celui de la division que l'on a choisie; puis on regarde dans l'appareil. S'il est déjà réglé, on verra les deux côtés d'un gris jaunâtre sombre et bien égaux en intensité. S'il n'est pas tout à fait réglé, pour ramener à l'égalité de tons, il faudra tourner le bouton F, qui ne sert qu'à cet effet. On tourne dans le bon sens, quand le côté foncé s'éclaircit et que le côté clair s'assombrit.

L'appareil est réglé, mais il faut le vérifier : pour cela, on déplace l'alidade par le bouton G, et au moyen de ce même bouton on reproduit l'égalité de tons. Si l'on a bien opéré, on doit, en regardant à travers la loupe N, retrouver le zéro du vernier en coïncidence avec celui de la division. S'il n'y était pas, c'est que l'on n'aurait pas bien opéré, et il faudrait retoucher légèrement au bouton F, dans un sens ou dans l'autre, jusqu'à ce que l'on arrive bien à la coïncidence des zéros, en établissant l'égalité de tons au moyen du bouton G, et alors seulement l'appareil est bien réglé, et pour l'opérateur seul.

La dissolution sucrée étant interposée, l'image n'est plus nette, il faut sortir 0 de 1 à 2 millimètres; les deux côtés, *a*, sont devenus plus clairs et inégalement. On tournera alors le bouton G dans un sens tel que ce côté moins clair continue à devenir foncé jusqu'au noir; on poursuit, il s'éclaircit bientôt, et c'est l'autre qui devient noir presque immédiatement; on a alors dépassé; on revient légèrement en arrière, et l'on établit l'égalité de tons par une série d'oscillations du bouton G, de plus en plus petites.

Si le vernier a tourné à droite, à partir du zéro le pouvoir rotatoire est droit, ainsi que cela arrive avec le sucre de canne, le sucre de betterave, le sucre de diabète, le glucose, le quartz droit, etc.

Si le vernier a tourné à gauche, le pouvoir rotatoire est gauche, ainsi que cela arrive pour le sucre incristallisable, le sucre interverti, le quartz gauche, etc.

Remarque.— Quand on établit l'égalité de tons et que l'on regarde attentivement, on remarque souvent que, à la partie supérieure, le côté droit, par exemple, est plus foncé, c'est l'inverse en bas; on n'a l'égalité absolue qu'au centre. Cela tient à ce que les rayons lumineux ne sont pas rigoureusement parallèles à l'axe des polariseurs, etc. Cela arrive dans les anciens appareils, mais, depuis les nouveaux perfectionnements, cela n'existe plus.

On peut encore, cependant, obtenir un bon pointé. Pour cela, on vise le centre, et au moyen de petites oscillations des boutons G ou F, on arrive parfaitement à égaliser la partie supérieure de droite avec celle inférieure de gauche. On a, pour ainsi dire, deux triangles estompés égaux; quand la surface de l'un augmente, celle de l'autre diminue.

Quand la liqueur est interposée, ces deux demi-disques n'ont plus rigoureusement la même couleur, quand on fait l'égalité de tons; cela arrive dans tous les appareils, lorsque la flamme est intense et la liqueur très peu colorée et tient à la flamme elle-même, qui n'est pas rigoureusement monochromatique.

Il est préférable, dans ce cas, d'interposer la bonnette contenant le bichromate et qui se place dans la pièce E. On retrouve alors le fond gris jaunâtre du zéro. Mais si le liquide est jaune, il vaut mieux l'ôter, afin d'avoir toujours le plus de lumière possible. Si l'on n'a pas les mêmes teintes gris jaunâtre, on peut encore faire un pointé exact, en s'y prenant de la manière suivante :

On fixe la ligne de séparation au centre des deux demi-disques, et on fait tourner le bouton G alternativement dans un sens et dans l'autre (lorsque l'on est près de l'égalité de tons), en réduisant de plus en plus l'amplitude des oscillations, on a alors l'apparence d'une petite ombre qui semble aller et venir de chaque côté de cette ligne. On s'arrête lorsqu'elle semble stationnaire et que cette ligne même, qui paraissait aussi se courber ou s'incliner dans les deux sens, reste droite et même disparaît. Tout cela se fait très vite, sans quitter l'œil et sans s'occuper

des couleurs ; on obtient ainsi beaucoup de précision. Si alors on ôte l'œil et qu'on le remette ensuite, on peut apercevoir une différence de couleur que l'on avait pour ainsi dire oubliée en opérant. Il est bien entendu, du reste, qu'il ne s'agit que de très faibles différences.

Quand on règle l'appareil avec ou sans eau, la détermination du zéro se fait toujours très bien, la lumière est plus que suffisante ; quand on interpose la dissolution sucrée, on voit encore ; mais quand on cherche à établir l'égalité de tons, surtout si l'on a affaire à un liquide assez coloré, il peut y avoir une grande obscurité qui empêche d'observer (on ôte le bichromate).

Souvent dans l'industrie sucrière on a des jus et des sirops colorés qui, mis dans cet appareil (le levier U étant levé) ou dans tout autre saccharimètre, sont assez foncés pour que l'on ne voie plus rien et qu'il soit impossible de rien lire ; alors, dans ce cas, cet appareil offre une ressource que ne possède aucun appareil ; il permet, en abaissant le levier U, graduellement et autant que cela est nécessaire, de faire passer plus de lumière dans l'appareil. On a alors cet avantage énorme de pouvoir encore lire, et avec une approximation suffisante dans les applications, alors que dans ce cas, je le répète, il est impossible de rien voir avec tout autre saccharimètre ; il évite ainsi, notamment, la décoloration par le noir animal, opération longue et sujette à erreur par la quantité de sucre retenu par le noir lui-même.

Un liquide étant donné, on peut toujours, avec cet appareil, choisir l'angle qui donnera le meilleur résultat, et la pratique montre que cet angle varie avec la coloration du liquide.

Si on veut faire vérifier un résultat par un autre opérateur, il est nécessaire que ce dernier refasse lui-même toute la manipulation, s'il n'a pas la même vue. S'il a la même vue, il suffit qu'il refasse le zéro avec l'eau distillée et l'égalité de tons avec la liqueur.

Modèles nos 1 et 2.

La manipulation est la même que pour le grand modèle, sauf que les leviers J et K, fig. 1, qui sont verticaux dans le grand modèle, sont horizontaux et à droite dans les petits. La tige X et le levier U n'existent pas, on manœuvre directement K, et J est fixe.

Dans les anciens modèles, K portait quelques divisions qui pouvaient servir de repères, mais on peut s'en passer.

L'appareil et le brûleur sont montés sur planche, cela évite de chercher chaque fois la place du brûleur par rapport au polariseur, mais ils peuvent aussi être montés sur trépied et pied en fonte de fer, si on le désire.

L'éolipyle se place toujours sur la table et à 20 centimètres du polariseur.

NETTOYAGE DES CRISTAUX.

Le nettoyage des cristaux est très important *dans les instruments de polarisation*. Les appareils sont construits de façon à pouvoir les séparer tous, à la main ; on peut alors les essuyer, s'il y a lieu, soit qu'il y ait de la poussière ou de la buée, dont l'effet est de diminuer considérablement la sensibilité de l'appareil, en dépolarisant la lumière.

Polariseur. — B se dévisse, I se dévisse, on peut alors ôter la bonnette à bichromate qui entre dans E. On tire le système de tube R, la goupille du levier K sort alors de la manivelle J.

R étant sorti, on peut tirer la bonnette intérieure (à goupille) et contenant un cristal de spath, il porte aussi une lentille qui se dévisse ; D se tire, il porte aussi une goupille.

Analyseur. — On dévisse F de plusieurs tours et on sort le tube H, on peut alors retirer le tube à goupille ; il contient un cristal de spath et une lentille qui se dévisse.

On essuie les lentilles avec un linge fin, après les avoir

un peu mouillées avec l'haleine ; pour nettoyer les bords, on prend une allumette taillée en pointe et on l'entoure de linge; les peluches sont enlevées avec un pinceau. Faire bien attention de ne pas rayer les surfaces, surtout celles des deux spaths.

Quand on a remis H en place, on revisse le bouton F, et il faut refaire le zéro.

La bonnette O étant dévissée, on dévisse le petit baril-let portant l'oculaire concave.

La loupe N se dévisse aussi.

COFFRES GAINÉS.

On peut aussi gaîner le saccharimètre et ses accessoires dans un coffre.

TUBES.

Il est généralement admis aujourd'hui qu'avec ce saccharimètre on peut lire pratiquement à 1/10 de division près (centièmes de sucre), ce qui correspond à une appréciation de 1/1000 de la quantité à mesurer. Il faut donc, pour profiter de toute la précision des instruments et pour qu'ils soient comparables entre eux, que les accessoires tels que les tubes, les ballons jaugés, les pesées, etc., soient précis chacun à moins de 1/1000 près.

Si je considère un tube de 20 centimètres, il faudra que sa longueur n'ait pas 2 dixièmes de millimètre en plus ni en moins; chaque tube devient presque un instrument de précision.

J'ai toujours attaché une grande importance à leur exécution. Depuis plusieurs années déjà, j'ai combiné et construit les tubes à bonnettes à ressorts et à baïonnettes, pour remplacer les anciens tubes très défectueux à bonnettes vissées.

Ils présentent les avantages suivants :

Leur longueur est calibrée, les bouts sont bien perpendiculaires à l'axe du tube et dressés. Les obturateurs

sont en glace non trempée et à faces parallèles ; ils sont fixés au moyen d'un léger ressort renfermé dans une bonnette à baïonnette. Le tube est centré au moyen de rondelles résistantes tournées d'un seul morceau avec lui.

Ce tube a rendu des services, et cependant, malgré les soins d'exécution, quelques-uns peuvent donner une différence, quand on les tourne sur eux-mêmes, après avoir fait bien exactement l'égalité de tons. On peut cependant faire des lectures exactes, avec eux, en opérant ainsi :

On fait une marque sur le tube et on le tourne dans plusieurs positions, deux ou trois par exemple, et l'on prend la moyenne des lectures correspondant à ces différentes positions.

Dans les tubes que je livre actuellement, le corps du tube est le même, mais chaque bonnette est remplacée par deux petites tiges à ressort, qui retiennent l'obturateur ; un même chiffre est tracé sur le verre et sur le tube, de façon à pouvoir toujours le replacer dans la même position.

Il suffit alors de déterminer, une fois pour toutes, la position dans laquelle le tube rempli d'eau ne change pas l'égalité de tons établie primitivement sans tube, et de la repérer.

Une seule lecture suffira alors avec ces tubes.

Saccharimètre Laurent à lumière blanche ordinaire.

Breveté s. g. d. g.

Le polarimètre Laurent fonctionne très bien avec la lumière jaune du sodium, quand on a le gaz à sa disposition ; si on ne l'a pas, on peut se servir de l'éolipyle.

C'est un appareil *général*, il sert pour toutes les substances rotatoires, et je le recommande, comme par le passé, pour les laboratoires de recherches, les établissements scientifiques, etc. (malgré les ennuis de la lumière salée).

Mais pour l'industrie, dans le cas des sucreries et raffineries, par exemple, où l'on opère plutôt sur le

sucre, et où il faut aller vite, l'emploi d'une flamme blanche ordinaire, que l'on a toujours sous la main, peut être préférable.

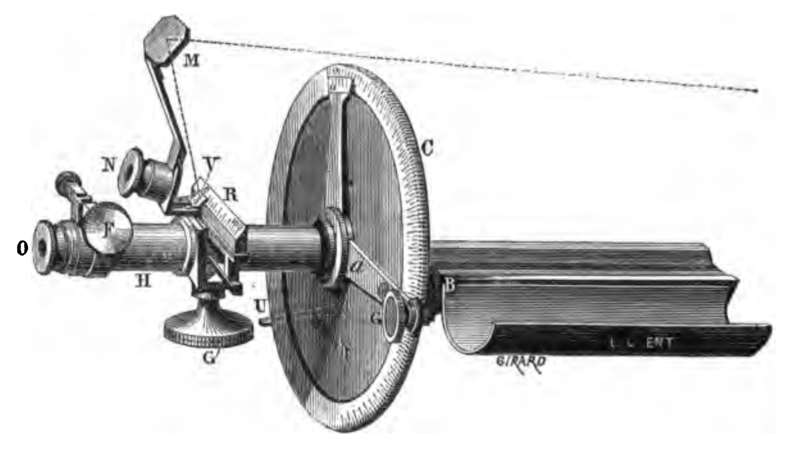


Fig. 2.

Pour arriver à ce but, j'interpose (*fig.* 2), entre le cadran C et l'analysateur OH, des anciens polarimètres, un compensateur Soleil (à lames prismatiques de quartz). — Cette fig. 2 représente un polarimètre à cadran, avec la nouvelle addition. Dans ce cas, l'alidade *a* est arrêtée au moyen du bouton B, placé derrière le cadran. Le porte-loupe (supprimé sur le dessin) est rabattu sur le côté. La loupe N, le bouton F et l'analyseur OH (mis dans le compensateur) appartiennent au système à cadran. Dans les appareils neufs, à lumière blanche seulement, le cadran C est remplacé par un disque qui sert d'écran, et il n'y a pas d'alidade.

Le reste de l'instrument est pareil à la fig. 1, sauf qu'au lieu du brûleur à gaz, on emploie une flamme blanche quelconque, que l'on place toujours à 20 centimètres de la lentille B.

Le nouvel appareil est toujours à pénombres, il n'y a pas à se préoccuper de ***teinte sensible*** comme dans l'an-

cien saccharimètre Soleil; l'obscurité n'est plus indispensable; on peut toujours, au moyen du levier U, donner plus ou moins de lumière, suivant les besoins. — Une flamme *plate* de gaz ou de pétrole, employée dans le sens de sa longueur, est beaucoup plus intense qu'un bec rond.

On peut aussi, et sans détruire les polarimètres construits, leur ajouter un compensateur, de manière à transformer, instantanément et à volonté, un ancien appareil en saccharimètre à lumière ordinaire, ou le ramener à son état primitif de polarimètre à lumière salée. On a, dans ce cas, deux appareils distincts, réunis ensemble.

La manipulation de l'instrument est à peu près la même que celle décrite p. 78 et suivantes. Les divisions circulaires du cadran C et de l'alidade (*fig.* 2) sont remplacées par les divisions rectilignes de la règle R et du vernier V. Pour régler l'appareil au zéro, on commence par mettre le zéro du vernier V en face du zéro de la règle R, en regardant à travers la loupe N (mise au point) et en tournant le bouton G′; puis, en regardant en O (mis au point), on établit l'égalité de tons, en tournant le bouton F.

Si le liquide à mesurer donne une déviation supérieure à 60 degrés, par exemple, il peut être un peu plus exact de régler l'appareil, non au zéro, mais au 100, avec une plaque type. Pour cela, on place cette dernière sur l'appareil, on amène le zéro du vernier V sur la division correspondant à la valeur exacte de la plaque, et on établit l'égalité de tons par le bouton F.

Quand on opère avec la lumière blanche, il faut toujours laisser le bichromate E (*fig.* 1) sur l'appareil.

Pour ramener l'appareil (*fig.* 2), à son état primitif de polarimètre (à lumière salée), il suffit de dévisser entièrement le bouton B, de sortir tout le compensateur (une goupille détermine sa position), de remettre N, F et OH, à leur première place (*fig.* 1), puis de mettre le zéro du vernier de l'alidade *a* en face du zéro du cadran, en regardant en N, et de rétablir l'égalité de tons en regardant en O et en tournant F.

Ce nouvel appareil a été présenté à l'Académie des

sciences, par M. Cornu, le 13 février 1882, et à la Société française de physique, par M. Dufet, le 19 mai 1882. »

5° *Observations sur la pratique du saccharimètre et sur l'analyse optique des matières saccharifères.*

1° Il n'est pas nécessaire, dans l'analyse des matières saccharifères, d'opérer rigoureusement avec le poids de 16gr,35 de la matière sucrée à analyser, pour une dissolution de 100 cent. cubes ; on peut tout aussi bien, et plus facilement, pour les pesées et les calculs opérer avec un autre poids, par exemple avec 10 grammes par 100 cent. cubes ; dans ce cas, le nombre de degrés accusés par le saccharimètre représente autant de fois 0gr,1635 de sucre qu'il y a de degrés dans 100 de matière sucrée analysée.

Ainsi, si dans l'essai d'une mélasse, par exemple, on en dissout 10 grammes dans de l'eau, de manière à obtenir un volume de 100 centimètres cubes auquel on ajoute, pour la décolorer, 1/10 de sous-acétate de plomb, et que le liquide filtré, examiné au saccharimètre, accuse 30° à droite, ce qui, en ajoutant 1/10 pour le sous-acétate de plomb, donnera 33°, il suffira, pour reconnaître la quantité de sucre contenue dans 100 grammes ou 100 kilogr. de mélasse, de multiplier le nombre 33 par 0gr,1635, soit $33 \times 0{,}1635 = 53{,}955$ de sucre p. 100 de mélasse, c'est-à-dire 53gr,955 pour 100 grammes, ou 53k,955 pour 100 kilogrammes.

2° Il arrive souvent dans l'analyse des matières sucrées, et particulièrement des sucres bruts et des mélasses de betterave, que leurs dissolutions additionnées de sous-acétate de plomb donnent à la filtration des liquides troubles qu'il est difficile, quelquefois impossible, d'obtenir même après des filtrations successives, d'une limpidité suffisante pour servir à l'essai saccharimétrique.

Pour éviter cet inconvénient et rendre le précipité plus volumineux et plus consistant, on a recommandé suc-

cessivement l'emploi du sesquicarbonate d'ammoniaque ajouté en petite quantité avant l'addition du sous-acétate de plomb ; Wentz recommande l'alun, avec le sous-acétate de plomb qui donne un précipité de sulfate de plomb ; ces derniers moyens donnent bien des liquides clairs, mais qui se troublent très rapidement après la filtration.

On a également essayé dans le liquide filtré l'emploi de l'acide acétique pour faire disparaître la matière qui trouble la transparence, mais le plus souvent sans succès.

En 1866, le docteur Scheibler a indiqué un moyen qui lui a toujours réussi, et qui consiste dans l'emploi d'une dissolution de tannin, ajoutée à la dissolution sucrée, avant l'addition du sous-acétate de plomb ; on obtient ainsi un précipité floconneux abondant ; la dissolution filtre rapidement, et est alors parfaitement limpide, ne se trouble plus et est facile à observer au saccharimètre (1) ; il suffit, le plus souvent, pour produire cet effet, de 10 à 30 gouttes de la dissolution suivante.

Elle se prépare en faisant dissoudre 5 grammes de tannin dans de l'eau, dans laquelle on ajoute 15 grammes d'alcool, 85 grammes d'eau. Cette dissolution, qui ne se conserverait pas sans alcool, se conserve très bien ainsi préparée (2).

Le D[r] Scheibler emploie l'hydrate d'alumine pour clarifier et décolorer les dissolutions sucrées à titre élevé, qui ne donnent pas de précipité avec le sous-acétate de plomb, mais accusent une forte teinte opaline qui empêche de les examiner au saccharimètre.

Depuis la fin de l'année 1870, on se sert invariablement, au laboratoire du Zollverein, d'une dissolution faible de sulfate d'alumine et de sous-acétate de plomb, pour clarifier et décolorer les dissolutions sucrées préparées pour le saccharimètre. Le sulfate d'alumine doit être employé en quantité suffisante pour précipiter tout l'oxyde de plomb (3).

(1) D[r] Scheibler, *Journal des fabricants de sucre*, n. 20. 1866.
(2) Corenwender, *la Sucrerie indigène*, tome III, p. 10. 1868.
(3) D[r] Otto Kohlrausch, *Journal des fabricants de sucre*, du 17 avril 1873.

Sostmans recommande, pour l'essai au saccharimètre des dissolutions de sucre très coloré, l'emploi de quelques gouttes de lait de chaux, puis le traitement par l'hydrate d'alumine et par le sous-acétate de plomb, etc. (1).

3° Le charbon animal en poudre, que l'on emploie lorsque les liquides sucrés traités par le sous-acétate de plomb ne sont pas suffisamment décolorés, absorbe toujours, suivant Scheibler, jusqu'à 0,2 à 0,4 p. 100 de son poids de sucre (2).

Si l'on a soin de n'employer à cette décoloration que du noir animal en poudre préalablement traité par l'acide chlorhydrique jusqu'à dissolution de tout le phosphate de chaux qu'il contient, puis lavé à l'eau et séché, le noir animal ainsi traité n'absorbe pas de sucre à la dissolution.

Ce traitement du noir demande un soin particulier. Il faut employer assez d'acide pour dissoudre tout le phosphate de chaux, de manière à obtenir le charbon dépourvu de tous les sels qu'il contient. Il faut ensuite que le noir ainsi obtenu soit lavé à grande eau jusqu'à ce que la dernière eau de lavage ne soit plus acide et ne précipite plus par le nitrate d'argent.

Le charbon animal ainsi obtenu est séché et conservé pour l'usage ; il en faut une quantité bien moins grande pour produire la même décoloration qu'avec le noir animal ordinaire.

4° Dès l'année 1867, Welz avait signalé une erreur jusqu'alors inconnue dans le saccharimètre, dont il importe de tenir compte dans les analyses minutieuses, et particulièrement dans celles du jus de betteraves.

Lorsqu'il devient nécessaire de déféquer le jus par le sous-acétate de plomb, ou par tout autre agent déféquant, on obtient constamment un titre saccharimétrique inexact,

(1) Sostmans, *Journal des fabricants de sucre*, du 17 janvier 1877.
(2) Le Dr Scheibler, *la Sucrerie indigène*, tome V, p. 57. 1870.

et l'erreur sera en raison du volume du précipité obtenu, le résultat final sera trop fort. Welz a trouvé que le précipité formé par un mélange de 100 cent. cubes de jus et 10 cent. cubes de sous-acétate de plomb était de $2^{cc},2$; le volume apporté par l'acétade de plomb n'est que de $7^{cc},8$ au lieu de 10, et l'augmentation de 1/10 que l'on fait subir au degré saccharimétrique est donc trop élevée de 2,2 p. 100. Welz a trouvé par expérience que cette erreur pouvait s'élever jusqu'à 3 p. 100.

Otto, dans son ***Traité des industries agricoles***, prétend qu'elle ne peut s'élever jusqu'à 3 p. 100.

En 1868, Maumené avait également signalé le volume du précipité comme une cause d'erreur (1). Ce volume du précipité est très variable ; tous les chimistes qui ont fait des analyses de betteraves ont pu observer que le jus des betteraves non mûres et pauvres en sucre donnent, avec le sous-acétate de plomb, un précipité beaucoup plus abondant que le jus des betteraves arrivées à maturité.

On ne peut donc pas établir des nombres fixes pour cette perte, qui devra être directement constatée lorsque la précision de l'analyse l'exigera, mais qui dans la plupart des cas peut être négligée.

Le docteur Scheibler a fait connaître un moyen de déterminer facilement et exactement le volume du précipité plombique formé dans ces conditions, et, par suite, le moyen d'éviter l'erreur que l'on commet en n'en tenant pas compte.

« On prend, dit le docteur Scheibler (2), à l'aide d'une « pipette exactement graduée, 100 cent. cubes de jus de « betteraves que l'on met dans un matras de 110 cent. « cubes, en y ajoutant 10 cent. cubes de sous-acétate de « plomb. Une seconde fois on met des quantités respecti« vement égales dans un matras de 220 cent. cubes ; on « polarise les deux liquides après clarification et filtration, « on double la lecture que donne la solution étendue, et

(1) ***Journal des fabricants de sucre***, du 17 avril 1873.
(2) ***Journal des fabricants de sucre***, du 2 août 1876.

« on la retranche de la lecture de la solution primitive;
« ce qui indique la valeur de la différence. »

Exemple : 100 cent. cubes de jus naturel traité par 10 cent. cubes de sous-acétate de plomb et filtré donnent au saccharimètre une rotation à droite de 60°.

Le même volume du même jus, traité exactement par le même volume de sous-acétate de plomb, puis étendu d'eau jusqu'à 220 cent. cubes, puis filtré donne une rotation de 29° à droite, soit 29° × 2 = 58°.

Le volume du précipité plombique est donc égal à 2°.

Si l'on calcule à la méthode ordinaire le titre saccharimétrique du jus sans tenir compte du volume du précipité, on doit augmenter, pour le volume du sous-acétate de plomb ci-joint, 1/10°, soit 60° + 6° = 66°.

On a vu ci-dessus, d'après la 2e expérience, que le précipité était égal à 2°.

La rotation totale du jus est donc en réalité de 64°.

D'après le docteur Scheibler, on doit retrancher, pour le volume du précipité formé par le sous-acétate de plomb pour les jus de betteraves riches, 1 1/2 dixième p. 100; pour les masses cuites, 2 1/2 dixièmes p. 100; pour les mélasses, 0,77 p. 100 (1).

Le docteur Scheibler recommande la même méthode pour déterminer le volume d'un précipité quelconque dans une dissolution sucrée, et l'influence qu'il peut avoir sur le titre saccharimétrique de la dissolution.

M. Laborde a proposé d'ajouter le sous-acétate de plomb sous le plus petit volume possible du liquide sucré, de filtrer et de laver le précipité sur le filtre jusqu'à ce qu'il ne contienne plus de sucre, ce qu'il est facile de vérifier par le réactif de Maumemé sur l'eau de lavage (2).

5° Les tubes qui servent pour l'observation saccharimétrique sont fermés par des disques en verre, serrés par des viroles; si ce serrage est trop fort, les disques peuvent

(1) *Journal des fabricants de sucre*, du 27 juin 1877.
(2) Laborde, *Journal des fabricants de sucre*, 21 février 1877.

acquérir la propriété de paraître colorés dans la lumière polarisée de l'instrument, et partant de troubler sérieusement l'opération quelquefois de quelques dixièmes de degré et même jusqu'à 3, 4 et 5°; tandis que d'autres disques restent inactifs au plus fort serrage.

Il est donc nécessaire d'essayer tous les disques dont on dispose avant de s'en servir, et de rejeter ceux qui offrent ce caractère (1).

6° La mousse qui se forme sur le jus de betteraves dans l'emplissage des matras, et qui est très persistante, disparaît immédiatement par une goutte d'éther, ou simplement par la vapeur d'éther produite par l'air d'un flacon d'éther penché sur l'ouverture du matras (2).

7° Les matières sucrées, et particulièrement la betterave, contiennent souvent de l'asparagine (Dubrunfaut).

L'asparagine en dissolution dans l'ammoniaque a un pouvoir rotatoire égal à 11°,18 à gauche (Bouchardat).

Lorsqu'on traite une dissolution d'asparagine par un acide minéral, sulfurique, chlorhydrique, à la manière de l'inversion, le pouvoir rotatoire de gauche passe à droite (Dubrunfaut, Pasteur).

Il résulte de là que la présence de l'asparagine peut occasionner une double erreur en sens contraire dans les analyses saccharimétriques optiques; une première cause d'erreur, en ce sens que l'asparagine ayant un pouvoir rotatoire à gauche, affaiblit d'autant le pouvoir rotatoire du sucre à droite, et contribue ainsi à accuser une quantité de sucre moins grande; une deuxième erreur, en ce sens que la rotation de l'asparagine passe à droite pendant l'inversion et affaiblit d'autant le pouvoir rotatoire à gauche du sucre interverti.

C'est cette double cause d'erreur qui a fait renoncer au dosage du sucre cristallisable dans les betteraves par l'in-

(1) Dr Scheibler, *Journal des fabricants de sucre*, du 6 mai 1869.
(2) Dr Scheibler, *Journal des fabricants de sucre*, du 21 avril 1870.

terversion recommandée par Clerget, et lui a fait préférer la notation directe recommandée par Dubrunfaut (1).

D'après MM. Champion et Pellet (2), si l'on ajoute du sous-acétate de plomb à du jus de betteraves dans lequel on a dissout de l'asparagine, la rotation à droite s'en trouve augmentée.

Un jus accusant au saccharimètre, sucre : 9,58, accuse, après avoir dissout, 1 gramme asparagine 10,13.

Dans ce cas, il se produirait donc le contraire de ce qui est admis généralement.

D'après les mêmes chimistes, l'acide acétique, employé en suffisante quantité, annule le pouvoir rotatoire de l'asparagine ; cette propriété est sufisante pour reconnaître la présence de l'asparagine et la doser dans le jus de betteraves.

Un jus normal, donnant au saccharimètre de Laurent, 300° additionné d'acide acétique, ne donne plus que 283°.

Le même jus normal additionné de 2 grammes d'asparagine pour 100 cent. cubes, 325°.

Avec ces nombres, il est facile de calculer la quantité d'asparagine existant dans un jus de betteraves naturel.

L'influence de l'asparagine est également considérable dans un jus contenant à la fois du sucre cristallisable et du glucose actif.

L'inversion peut être appliquée au dosage du sucre cristallisable en présence du glucose et de l'asparagine, en opérant de la manière suivante, conseillée par MM. Pellet et Pasquier (3) :

« 1° Prendre 100 cent. cubes + 10 cent. cubes, ou 20
« cent. cubes de sous-acétate de plomb, filtrer, examiner
« au saccharimètre, ramener la notation à 100 cent. cubes
« du jus normal.

« 2° Traiter 50 cent. cubes de jus filtré par 10 cent.
« cubes ou 15 cent. cubes d'acide acétique ordinaire, faire

(1) Dubrunfaut, *Comptes rendus de l'Académie des sciences*, tome XXVII, page 358, année 1851.

Champion et Pellet, *Journal des fabricants de sucre*, 31 mai 1876.

(3) Pellet et Pasquier, *Journal des fabricants de sucre*, du 16 mai 1877.

« 100 cent. cubes, polariser (après filtration, s'il y a lieu),
« doubler le résultat et le comparer au premier.

« Si la déviation est plus forte ou plus faible, l'écart est « dû probablement à un composé aspartique.

« Si le résultat est le même, l'inversion pour le dosage « du jus cristallisable pourra se faire comme à l'ordinaire.

« Si le résultat est différent, l'inversion devra se faire « de la manière suivante :

« Prendre 100 cent. cubes jus traité par le sous-acétate « de plomb + 10 cent. cubes d'acide chlorhydrique, « chauffer à 70°, et refroidir.

« Prendre 50 cent. cubes de ce jus, ajouter de la soude « en excès, verser de l'acide acétique, filtrer s'il y a lieu et « polariser.

« Doubler le résultat, ajouter 1/10 ou 2/10 suivant la « quantité de sous-acétate de plomb ajoutée et ramener « au jus normal.

« Comme notation à droite, on prend celle qui est don- « née par le jus traité par l'acide acétique : dans ces con- « ditions l'asparagine n'influe pas sur le résultat de l'in- « version. »

M. Ruau avait déjà proposé un procédé analogue dans lequel l'acide chlorhydrique remplaçait l'acide acétique (1). Il consistait à soumettre la liqueur d'épreuve à l'observation directe, puis à une deuxième observation après inversion sans saturation de l'acide, puis à une troisième observation après saturation de l'acide chlorhydrique par la soude.

L'emploi de l'acide acétique, suivant MM. Pellet et Pasquier, est préférable.

8° M. Woussen a signalé une cause d'erreur dans les essais au saccharimètre, sous l'influence des variations de température auxquelles l'instrument peut être soumis (2).

Lorsque le saccharimètre est très froid, les indications sont faussées.

(1) Ruau, *Dictionnaire de chimie industrielle*, de Barreswil et Gérard.
(2) Woussen, *de l'Analyse des sucres*, brochure, p. 31. 1878.

Un saccharimètre placé dans une chambre chauffée à la température normale de 15 à 20°, son tube contenant de l'eau pure et l'échelle marquant 0°, par conséquent avec une teinte uniforme lilas clair, fut porté sans son tube au dehors par un temps de gelée.

Après un quart d'heure, le tube ayant été replacé de nouveau sur le saccharimètre, la teinte, au lieu d'être uniforme lilas, avait deux teintes très tranchées, jaune à gauche et verte à droite.

Le saccharimètre, replacé dans la pièce chauffée, a repris son état normal, c'est-à-dire que la teinte est redevenue lilas et uniforme.

M. Woussen a constaté que c'est la partie antérieure du saccharimètre, celle de l'oculaire, qui est ainsi influencée par le froid.

Tous les saccharimètres ne présentent pas cette cause d'erreur; mais il est nécessaire d'en tenir compte et de s'en assurer dans les essais saccharimétriques optiques.

9° Le pouvoir rotatoire du sucre (saccharose) n'est pas influencé d'une manière assez sensible pour en tenir compte, par les sels minéraux qui se rencontrent ordinairement dans les matières sucrées, tels que les chlorures de potassium et de sodium, les nitrates, sulfates et phosphates de ces mêmes bases (1).

M. Bodenbender admet que les alcalis agissent sur le pouvoir rotatoire du sucre proportionnellement à leur équivalence chimique, et que

	Expérience.	Calcul.
1 de chaux annulerait en sucre..........	1°,12	»
1 de baryte, *idem*	0°,426	0°,410
1 de strontiane, *idem*..................	0°,597	0°,605
1 de potasse, *idem*.....................	»	0°,69
1 de soude, *idem*......................	»	1°,00 (2)

M. Söstmann a démontré que le carbonate de soude agissait plus sur le pouvoir rotatoire du sucre dans les liqueurs concentrées que dans les liqueurs étendues.

(1) Riche et Bardy, *la Sucrerie indigène*, tome X, p. 547, année 1876.
(2) Walkhoff, *Traité de la fabrication du sucre*, p. 508.

M. Pellet a fait voir qu'il en était de même pour les composés suivants (1) :

Influence de 1 gramme des matières suivantes :	sur les solutions sucrées	
	à 17,3 p. 100.	à 5°,4 p. 100.
Carbonate de soude..............	0°,132	0°,040
Phosphate de soude cristallisé.....	0°,036	0°,016
Soude caustique NaO............	0°,450	0°,140
Ammoniaque AzH^3...............	0°,085	0°,073
Carbonate d'ammoniaque AzH^3CO^2.	0°,067	0°,040
Potasse d'ammoniaque KO........	0°,500	0°,170
Carbonate de potasse.............	0°,065	0°,044
Chaux.........................	1°,000	0°,909
Baryte	0°,130	0°,190

Il résulte des nombres de ce tableau, qu'il n'y aurait pas de relation à établir entre l'action des alcalis sur la rotation du sucre et leur équivalent.

Cependant, des expériences de Dubrunfaut (2), que nous avons eu l'occasion de répéter plusieurs fois dans son laboratoire, établissent qu'un équivalent de potasse ou de soude caustique, ajouté à une dissolution contenant 100 grammes de sucre par litre, annule la rotation de 5 grammes de sucre; deux équivalents des mêmes alcalis annulent la rotation de 10 grammes.

Si l'on ajoute un troisième équivalent, la rotation n'éprouve plus aucun changement.

10° La présence du glucose dans les dissolutions sucrées, en cours de travail dans les fabriques et raffineries de sucre, n'influe pas sur le dosage du sucre cristallisable par le saccharimètre avec la notation directe. En effet, suivant les expériences de Dubrunfaut (3), « ce sucre étant le plus « souvent optiquement neutre dans les sucres et les mé- « lasses du commerce, n'altère pas les indications de la « notation directe habituellement et simplement fournie « par le saccharimètre de Soleil.

(1) Pellet, *Journal des fabricants de sucre*, du 22 octobre 1877.
(2) Dubrunfaut, *Comptes rendus*, tome XXXII, p. 500, année 1851.
(3) Dubrunfaut, *Le sucre*, tome I, p. 425, 1869, 1873.

« Cette neutralité du sucre interverti s'explique par les « raisons que nous avons déduites ailleurs, de nos expé- « riences sur l'inégale fixité des deux espèces de glucoses « qui constituent le sucre interverti. Sous la seule in- « fluence de l'eau, de la chaleur et des travaux manufac- « turiers, le sucre liquide qui donne au sucre interverti un « pouvoir rotatoire à gauche, serait altéré et transformé « partiellement en produit ulmique, de manière à produire « tout à la fois la coloration et la neutralité optique que « l'on observe. »

Cette neutralité optique des sucres réducteurs, contenus dans les sucres, sirops et mélasses, des sucreries et raffineries, sur laquelle tous les chimistes ne sont pas encore d'accord, a été confirmée par MM. Girard et Laborde (1), puis contestée par le docteur Gunning. Elle peut présenter certaines exceptions.

« Si l'on conservait des doutes sur ce point, dit Du- « brunfaut, on éviterait l'incertitude en faisant précéder « la détermination du titre en question par la destruction « du glucose, à l'aide d'une réaction alcaline effectuée à « la température de 100°. Ce mode de faire, que nous « avons recommandé dès 1854, est préférable comme « simplicité et comme exactitude à la méthode d'inversion « par les acides. »

6° *Dosage du sucre incristallisable (lévulose) par l'action de la chaleur sur la rotation du sucre interverti.*

Lorsqu'on prend 10 grammes de sucre raffiné ordinaire en pain et qu'on le dissout dans l'eau de manière à obtenir une dissolution de 100 cent. cubes, cette dissolution au saccharimètre sous une couche de 0,20c aura une rotation à droite de 60 à 61°.

Cette solution intervertie aura à 14° de température centigrades, de 21 à 22° à gauche; si l'on chauffe de 14°

(1) Girard et Laborde, *Comptes rendus de l'Académie des sciences*, tome LXXXII, pages 214 et 417, année 1876. Gunning. Amsterdam.

à 52° centigrades cette dissolution de sucre interverti, et qu'on l'examine au saccharimètre à cette température, on remarque que son pouvoir rotatoire est diminué de moitié : il est tombé à 11° à gauche.

Ce fait observé par Dubrunfaut lui a servi de base à un procédé saccharimétrique qu'il décrit en ces termes :

« Nous dosons le glucose, lévulogyre (lévulose), que « nous avons découvert dans le sucre interverti et dans « les sirops de fruits, à l'aide de la propriété que nous « avons reconnue dans ce sucre, d'offrir une rotation qui « varie avec la température. Ainsi, nous avons reconnu « que le sucre observé et mesuré optiquement à + 14° et « à + 52° centigrades donne deux rotations différentes « qui sont entre elles dans le rapport de 4 : 3. — L'expé- « rience n'ayant jusqu'à présent révélé cette propriété « que dans le glucose lévogyre autorise à l'utiliser comme « moyen de dosage de ce glucose engagé dans des mé- « langes. Il suffit pour cela de prendre la différence de « rotation du mélange à + 14° et à + 52°, et de multi- « plier cette différence par 4 pour avoir la rotation ab- « solue du glucose lévogyre, qui se trouve dans le mé- « lange, et pour en conclure la proportion à l'aide d'un « coefficient préalablement établi.

« Nous avons reconnu que 100 grammes de glucose « lévogyre $C^{12}H^{12}O^{12}$, dissous dans l'eau, de manière à « former un litre observé au saccharimètre dans un tube « de 0,20^{c}, donne à + 14° une rotation de 86° à gauche ; « cette rotation devient 59,5 à la température de + 52°.

« Le dosage du sucre interverti pourrait s'effectuer de « la même manière, attendu que ce sucre, suivant nos ob- « servations, est formé d'équivalents égaux de glucose « dextrogyre et lévogyre. Seulement, dans ce cas, la dif- « férence de rotation pour les deux températures spéci- « fiées doit être multipliée par 2, attendu que le sucre in- « terverti perd la moitié de sa rotation en passant de « + 14° à + 52° de température (1).

(1) Dubrunfaut, *Comptes rendus des séances de l'Académie des sciences*, tome XXXII, p. 249.

« En procédant à l'analyse avec cette méthode, on re-
« connaît que le lévulose forme sensiblement la moitié du
« sucre interverti, ce qui, avec notre hypothèse, assigne
« un poids égal au glucose dextrogyre dosé par diffé-
« rence (1). »

« Pour faire ces observations, nous nous servons d'une
« cuve à eau munie de lunettes, qui se place sur le sac-
« charimètre; le tube d'observation est placé dans cette
« cuve, dont on règle la température avec une lampe à
« alcool. »

§ 7.

SACCHARIMÉTRIE CHIMIQUE.

La saccharimétrie chimique a pour but de doser les différents sucres à l'aide des réactions chimiques qu'ils produisent; elle est basée sur les différences que présentent les sucres dans leurs propriétés chimiques.

On sait que le sucre cristallisable, dans sa transformation en sucre interverti, perd une partie de ses propriétés chimiques primitives et en acquiert de nouvelles susceptibles de différencier ces deux sucres et de permettre d'en déterminer la quantité.

C'est ainsi que dans le procédé décrit § 3, le premier qui ait été employé pour différencier et doser ces deux sucres, nous avons utilisé l'action des alcalis, et particulièrement de la chaux sur le sucre incristallisable (glucose), qui détruit ce sucre, tandis que dans les mêmes conditions il est sans action sur le sucre cristallisable.

D'autres propriétés chimiques sont également utilisées pour le dosage de ces sucres; ainsi, le sucre incristallisable, ou glucose, a la propriété, dans certaines conditions,

(1) Dubrunfaut, *Moniteur scientifique* du Dr Quesneville, 15 janvier 1870.

de réduire les sels de bioxyde de cuivre en protoxyde, tandis que le sucre ordinaire est sans action sur ces sels; en raison de cette propriété, on a désigné le sucre incristallisable, le glucose, le sucre interverti, et tous les sucres analogues, sous le nom générique de sucres réducteurs.

Les différents produits sucrés en cours de travail dans la fabrication et le raffinage contiennent souvent ces deux sucres; en outre, Dubrunfaut a fait connaître que, dans certains cas, il existe dans ces produits un ou plusieurs composés résultant de l'altération du sucre incristallisable pendant les opérations de la fabrication, qui ne sont plus du sucre incristallisable, qui ne peuvent plus fermenter, mais qui jouissent, comme le glucose, de la propriété de réduire les sels de bioxyde de cuivre, et que Dubrunfaut a désignés sous le nom de ***dérivés de glucose*** (1).

Ces produits résultent de l'action des alcalis, particulièrement de la chaux, sur le sucre incristallisable, et se rencontrent surtout en raffinerie.

Comme le sucre incristallisable résulte dans la plupart des cas de la transformation du sucre cristallisable en glucose, et les dérivés de glucose du glucose lui-même, et, par conséquent, aussi du sucre cristallisable, le fabricant et le raffineur ont le plus grand intérêt à suivre les différentes transformations qui se produisent dans les opérations de la fabrication et à opérer le dosage des produits qui en résultent. Il est donc utile de faire connaître et d'étudier les différents procédés qui peuvent conduire à ce résultat de doser facilement et séparément :

1° Le sucre cristallisable;

2° Les sucres réducteurs, sucre incristallisable, glucose;

3° Les dérivés de glucose.

Nous allons étudier successivement les procédés proposés pour le dosage de chacun de ces produits dans l'ordre où ils viennent d'être indiqués, en ayant soin de faire connaître avec plus de détails les procédés les plus généralement pratiqués.

(1) Dubrunfaut, *Le Sucre*, tome I, page 425, années 1869 à 1873.

I.

Dosage du sucre cristallisable dans les matières sucrées par le procédé Barreswil.

Il a été proposé divers procédés pour le dosage, dans les matières sucrées, du sucre cristallisable par des méthodes chimiques ; le procédé le plus généralement employé est connu sous le nom de procédé Barreswil, par lequel nous commençons cette étude.

Le procédé Barreswil est basé sur l'utilisation de deux propriétés chimiques bien connues avant son auteur : 1° sur la transformation du sucre cristallisable en sucre interverti, découverte et étudiée par Biot ; 2° sur la réduction d'un sel organique de bioxyde de cuivre, tartrate ou citrate, en dissolution dans la potasse sous l'influence du sucre interverti, découverte par Frommer.

Le procédé Barreswil consiste donc, comme on l'a déjà vu, § 5 : 1° à intervertir le sucre cristallisable en traitant la dissolution de matière sucrée à analyser par un acide, soit de préférence l'acide chlorhydrique, et à le transformer ainsi en sucre interverti (glucose, sucre incristallisable) ; 2° à doser la quantité de sucre interverti formé, à l'aide d'une liqueur titrée, d'un sel de cuivre à acide organique dans une dissolution de potasse caustique.

En 1841, Frommer reconnut que le glucose réduit facilement, à la température de 100°, le tartrate de bioxyde de cuivre en dissolution dans la potasse, tandis que le sucre de canne n'agit pas sur ce réactif. Frommer proposa ce caractère pour distinguer les deux sucres (1).

Fehling trouva qu'en ajoutant à un volume déterminé d'une dissolution de cuivre une dissolution titrée de glucose, jusqu'à ce que le sel de cuivre fût complètement décomposé, un équivalent de glucose $C^{12}H^{12}O^{12} = 180$ à droite 56°, ou lévulose $C^{12}H^{12}O^{12}$ à gauche 106°, réduit

(1) *Revue scientifique* du Dr Quesneville, tome VI, p. 368, 1841.

exactement 10 équivalents de sulfate de cuivre parfaitement pur 10 ($SO^3 CuO$) = 1246,8, en s'emparant de 5 équivalents d'oxygène 5O = 40 (1).

Ce fait fut confirmé par Neubauer (2).

Par conséquent, 5 grammes de glucose sec, réduisent complètement 34gr,633 de sulfate de cuivre pur.

On désigne souvent la dissolution alcaline cuprique qui sert à doser le glucose sous le nom de liqueur de Fehling. On désigne également assez indifféremment les dosages de glucose faits par la liqueur cuprique sous les noms de procédé Frommer, procédé Barreswil, procédé Fehling. Ces diverses appellations, qui font remonter à l'origine des procédés pour en faire honneur aux chimistes qui les ont découverts ou proposés, n'ont pas tous la même signification et doivent être distingués.

Ainsi, le procédé Frommer indique la présence du sucre incristallisable ; le procédé Fehling dose le glucose existant tout formé dans une solution sucrée, tandis que le procédé Barreswil dose le sucre cristallisable.

Le procédé Fehling doit être appliqué toutes les fois que la dissolution sucrée contiendra du glucose ; le procédé Barreswil, lorsque la dissolution sucrée contiendra du sucre cristallisable.

Si la dissolution contient les deux sucres, les nombres obtenus par le procédé Fehling devront venir en déduction des nombres obtenus por le procédé Barreswil.

Le nom de Fehling doit être associé à la préparation de la liqueur cuprique.

Le plus souvent l'ensemble de ces divers procédés est désigné sous le nom de méthode cuprique avec ou sans inversion.

Fehling prépare la dissolution cuprique de la manière suivante :

« On pèse 34gr,64 de sulfate de cuivre pur, desséché à « l'air, et on les dissout dans 160 cent. cubes d'eau dis-

(1) Fehling, *Annales de chimie et de pharmacie*, tome LXXII, p. 106.
(2) *Traité d'analyse chimique*, par Frédéric Mohr, p. 229, 1857.

« tillée. D'un autre côté, on dissout dans un flacon d'un « litre 150 grammes de tartrate neutre de potasse dans « 600 à 700 cent. cubes de lessive de soude caustique, « de densité de 1,12, et on y ajoute peu à peu la dissolu- « tion de sulfate de cuivre ; et quand la liqueur est claire, « on achève de remplir le litre jusqu'au trait. »

Le procédé Barreswill ne fut pas d'abord considéré comme très exact; M. Péligot, dans son rapport à la Société d'encouragement, avait estimé son approximation dans le dosage d'une dissolution de sucre pur à 2 ou 3 p. 100; et d'ailleurs il fallait une assez grande habitude dans son emploi pour déterminer, par la décoloration de la dissolution cuprique, le point précis où tout le cuivre était précipité; si ce procédé était pratiqué dans quelques laboratoires, il était peu répandu dans la fabrication du sucre.

En 1867, M. Charles Viollette publia une brochure ayant pour titre : *Dosage du sucre au moyen des liqueurs titrées* (1); il y fait une étude approfondie de l'application du procédé Barreswil à l'analyse des produits sucrés dans le travail des sucres, jus, sirops, sucres et mélasses. Il indique, avec beaucoup de développements, les caractères correspondants à la précipitation de la totalité du cuivre dans l'analyse saccharimétrique de chacune de ces matières sucrées. Ce procédé de dosage acquiert sa plus grande exactitude, selon M. Viollette, quand le volume du liquide employé ne s'écarte pas trop de 10 cent. cubes en plus ou en moins.

« J'ai fait, dit M. Viollette, la comparaison de cette mé- « thode avec les procédés optiques, et je suis arrivé à re- « connaître que dans les deux cas on peut atteindre la « même précision, et que souvent la méthode chimique « est préférable, précisément dans le cas où le procédé « optique présente les plus grandes difficultés. »

M. Viollette prépare sa liqueur cuprique dans les proportions suivantes :

« Sulfate de cuivre cristallisé pur, non effleuri. 36gr,46

(1) Viollette, *Dosage du sucre au moyen de liqueurs titrées.* 1867.

« Eau distillée. 140gr,00
« D'autre part :
« Sel de seignette (tartrate de potasse et de soude) 200gr,00
« Lessive de soude caustique à 24° Baumé D 1190=500cc
« Ou bien encore, id. à 22° Baumé D 1180=600cc

On mélange les deux dissolutions avec précaution en agitant, on laisse refroidir jusqu'à 15° centigrades et l'on complète avec l'eau distillée le volume de 1 litre ; 10 centimètres cubes de cette liqueur alcaline cuprique correspondent à 0gr,05 de sucre cristallisable (saccharose) et à 0,05263 de glucose (sucres réducteurs ou sucre interverti).

Le caractère principal qui sert à déterminer le dosage exact du glucose par la liqueur cuprique est la décoloration de la dissolution dont la teinte bleue va en s'affaiblissant à mesure que le sel de cuivre se trouve réduit, pour disparaître complètement lorsque la quantité de glucose ajoutée a été suffisante, et est remplacée par une teinte légèrement jaunâtre lorsque la dissolution de glucose y a été ajoutée en léger excès.

« La mousse, dit M. Viollette, qui se forme par l'ébul-
« lition à la surface du liquide, présente successivement
« les mêmes teintes que le liquide lui-même ; ainsi elle
« est bleuâtre au commencement de l'opération, incolore
« sur la fin et jaune brun à mesure que l'on dépasse le
« terme de la précipitation, et dans ce dernier cas la li-
« queur laisse dégager une odeur de caramel ou de sucre
« brûlé tout à fait caractéristique. Ce moment est le
« plus important à saisir, car il permet de conduire très
« rapidement les essais. »

Il se forme pendant cette opération un précipité d'oxyde rouge de cuivre (oxydule), dont la forme et l'agglomération présentent certains caractères qui peuvent faire reconnaître également l'état de réduction dans lequel se trouve la dissolution cuprique.

La décoloration de la liqueur cuprique, dans laquelle doit tomber goutte à goutte la dissolution sucrée soumise à l'essai, est très facile à saisir lorsqu'on opère sur un li-

quide sucré peu coloré ; mais dans un grand nombre de cas cette dissolution est plus ou moins colorée, et il faut une certaine habitude de la pratique de la méthode pour bien saisir le moment où le cuivre de la liqueur cuprique est complètement précipité.

Dans ce cas, à moins d'une grande habitude dans la pratique du procédé, le dosage peut présenter une certaine incertitude.

Avec des liquides trop colorés, M. Viollette conseille la décoloration par le noir animal, ou bien encore par le sous-acétate de plomb ; l'excès de plomb doit être éliminé par addition d'une quantité suffisante d'acide sulfurique; mais ces divers moyens de décoloration ont pour effet de fausser les résultats, comme cela sera établi par la suite.

Il a été publié sur l'emploi de la liqueur cuprique pour le dosage du glucose, un assez grand nombre d'observations. Les unes ont eu pour objet de rechercher des caractères plus certains de déterminer la quantité réelle d'oxydule de cuivre précipité, et par suite la quantité réelle de glucose ; d'autres travaux ont eu principalement pour but de démontrer l'inexactitude du procédé ; d'autres chimistes, au contraire, ont cherché à préciser les conditions de l'expérience dans lesquelles le procédé donnait des résultats constants.

Ces divers travaux vont être successivement et succinctement passés en revue, suivant leur date respective, dans leur ordre chronologique, en les accompagnant des observations que la pratique a pu nous suggérer.

II.

Revue chronologique et critique des diverses recherches chimiques faites sur le procédé Barreswil pour le dosage des sucres par la liqueur alcalino-cuprique titrée.

Dès 1856 (1), Swartz recommandait la méthode suivante dans le but de rendre plus exacte la méthode de

(1) F. Mohr, par Forthomme, *Traité d'analyse chimique*, p. 231, 1857.

dosage du glucose ou sucre de raisin par la liqueur normale cuprique (liqueur de Fehling) :

On ajoute à 0gr,5 de sucre de raisin, préalablement dissous, un léger excès de liqueur normale cuprique, et on maintient l'ébullition jusqu'à ce que tout le glucose soit décomposé, ce qui a lieu après un quart d'heure ; le liquide doit apparaître franchement bleu, et le précipité rouge bien formé ; on reçoit le précipité sur un filtre et on le lave rapidement à l'eau bouillante ; on le redissout ensuite dans de l'acide hydrochlorique qu'on laisse tomber goutte à goutte sur le filtre jusqu'à ce que tout le précipité ait disparu; on lave le filtre avec un peu d'eau chaude et l'on titre la dissolution de protochlorure de cuivre ainsi formée avec le permanganate de potasse (caméléon minéral); à mesure que le réactif tombe de la burette, le liquide primitivement incolore prend la teinte verte des sels de bioxyde de cuivre ; mais sur la fin de l'opération la liqueur passe au violet par l'effet de la nuance rouge du caméléon. On s'arrête alors et on lit les divisions employées.

On titre la liqueur de caméléon avec du sulfate de fer et d'ammoniaque, 1 gramme de sulfate double de fer et d'ammoniaque, équivalent à 10cc,7 de la dissolution de caméléon.

1 gramme de sucre de raisin = 8gr,768 de sel double, ou 1 gramme de sel double = 0,114 de sucre de raisin.

Comme le sulfate double de fer et d'ammoniaque contient juste 1/7 de fer métallique, on peut ainsi déduire de là le rapport au fer métallique, dans le cas où l'on emploierait des fils de fer pur pour établir le titre.

En 1863 (1), Brunner décrit une méthode analogue à celle de Swartz, dans laquelle il dose également l'oxydule de cuivre à l'aide de liqueurs titrées de chromate de potasse et de perchlorure de fer.

En septembre 1868 (2), M. Maumené conseille d'employer un excès de liqueur cuprique dans la dissolution

(1) Feltz, *La Sucrerie indigène*, p. 457. 1873.
(2) Maumené, *Journal des fabricants de sucre*, 17 septembre 1868.

sucrée, de faire bouillir pendant quelques minutes, de filtrer la dissolution ; le cuivre réduit est retenu sur le filtre. L'excès de liqueur bleue passe rapidement, et le cuivre qu'elle contient est mesuré avec une dissolution titrée de sulfure de sodium, comme Pelouze le faisait pour doser le cuivre dans une dissolution ammoniacale. L'opération doit être rapidement conduite, et l'oxydule lavé avec de l'eau bouillie, pour éviter une cause d'erreur par la réoxydation de l'oxydule de cuivre au contact de l'air.

Septembre 1868 (1). — M. Lagrange, pour faciliter l'agglomération de l'oxydule de cuivre précipité, ajoute, au moment de l'essai et avant de chauffer la liqueur cuprique, quelques centimètres cubes d'une dissolution faible de sulfate d'alumine, et l'on fait tomber la dissolution sucrée goutte à goutte comme dans l'essai ordinaire ; à mesure que le protoxyde de cuivre se précipite, il se trouve englobé par l'alumine, qui opère une véritable clarification ; le liquide qui surnage devient très limpide, et il devient alors très facile de suivre la disparition de la nuance de coloration bleue.

Septembre 1869 (2). — Zukoski pratique la méthode cuprique à la manière ordinaire ; mais pour déterminer surtout avec des liquides colorés d'une manière exacte la fin de la réaction, il emploie un réactif, le prussiate jaune de potasse ou ferrocyanure de potassium, qui décèle dans un liquide la présence de traces d'un sel de cuivre. Tout le temps qu'il existe du cuivre en dissolution, le prussiate de potasse y détermine un précipité d'une teinte rosâtre qui passe rapidement au rouge brun. Aussitôt que tout le cuivre est précipité, le ferrocyanure de potassium n'y produit plus de précipité ni coloration.

La dissolution de ferrocyanure de potassium doit être additionnée d'acide acétique en suffisante quantité pour que la réaction se produise dans le mélange des deux dissolutions dans un liquide neutre ou acide.

(1) Lagrange, *Journal des fabricants de sucre*, septembre 1869.
(2) *Journal des fabricants de sucre*, 30 septembre 1869.

Pour faire l'essai du réactif, il suffit de prendre à la surface du liquide surnageant l'oxydule de cuivre, à l'aide d'une baguette en verre, une goutte du liquide clair et de la mettre en contact avec une seule goutte de prussiate de potasse acidulé posée sur une assiette en porcelaine, pour que la réaction colorée soit sensible.

En novembre 1869 (1), M. Mehay proposa, comme contre-épreuve de l'emploi des liqueurs cupriques titrées dans le dosage du glucose, de recueillir sur un filtre l'oxyde rouge de cuivre précipité dans l'essai ordinaire, en ayant soin d'ajouter un léger excès de liqueur cuprique lors de la précipitation, de le laver avec soin à l'eau distillée, de le chauffer au rouge dans une capsule de platine avec le filtre, de manière à brûler le filtre et à transformer l'oxydule en oxyde de cuivre C^uO, et de prendre le poids en cet état.

Pour éviter une cause d'erreur qui pourrait résulter d'autres matières précipitées avec l'oxydule de cuivre, M. Mehay a modifié sa première manière d'opérer : il redissout le précipité d'oxydule de cuivre par l'acide nitrique étendu d'eau, et fait le dosage du cuivre ainsi redissous par une liqueur titrée connue, particulièrement par le procédé de Pelouze, c'est-à-dire avec une dissolution titrée de monosulfure de sodium, en se basant, pour les calculs, sur ce fait établi par expérience, que 1 gramme de sucre interverti donne un précipité d'oxydule de cuivre ou de sulfure de cuivre contenant en cuivre métallique $1^{gr},764$ (2).

Cette deuxième partie de la méthode proposée par M. Mehay n'est autre que la méthode recommandée par Swartz avec l'emploi de la liqueur titrée de monosulfure de sodium déjà recommandée par M. Maumené.

Quelques mois plus tard, M. le docteur Stammer (3), en Allemagne, recommande exactement la même méthode

(1) Mehay, *La Sucrerie indigène*, tome IV, p. 225. 1869.
(2) Mehay, *La Sucrerie indigène*, tome IV, p. 290. 1870.
(3) *La Sucrerie indigène*, tome IV, p. 388. 1869.

que M. Mehay, et propose, ou de peser l'oxydule de cuivre, ou bien encore de le calciner avec le filtre, de manière à le transformer en bioxyde. Le poids du résidu de la calcination, multiplié par 0,43, donne le poids en sucre de canne, et, multiplié par 0,4534, donne le poids en sucre interverti, correspondant au sucre interverti ou glucose que renferme l'échantillon soumis à l'analyse (G. Krause).

M. Émile Monnier, dans son *Guide pour l'essai et l'analyse des sucres*, donne la composition suivante d'une liqueur cuprique : on dissout 40 grammes de sulfate de cuivre dans 160 grammes d'eau et l'on ajoute 3 grammes de chlorhydrate d'ammoniaque; d'un autre côté, on prépare à chaud une dissolution renfermant 80 grammes de crème de tartre et 130 grammes de soude pour 600 grammes environ d'eau distillée, le tout dans un vase d'un litre; on verse dans ce vase le sel de cuivre ammoniacal et l'on complète le litre avec de l'eau distillée.

La liqueur ainsi obtenue est d'un très beau bleu et ne laisse pas déposer d'oxyde de cuivre en vieillissant.

En 1872 et 1873, M. Feltz a publié plusieurs mémoires dans lesquels il a cherché à établir, par diverses expériences, que la méthode cuprique n'était pas exacte lorsqu'elle était pratiquée sur une dissolution de glucose contenant du sucre cristallisable, et que les nombres obtenus d'analyses faites dans de semblables conditions ne présentaient aucune garantie d'exactitude.

M. Feltz fait d'abord l'observation suivante sur les différentes liqueurs cupriques : « Diverses formules (1) « ont été proposées pour la préparation de la liqueur « cuprique; celle de M. Fresenius ne diffère de celle « de M. Viollette que par la quantité de soude libre; « M. Monnier remplace le sel de seignette par la « crème de tartre; d'autres chimistes donnent la préfé- « rence au tartrate de soude; les liqueurs préparées avec « la crème de tartre sont généralement abandonnées,

(1) Feltz, *La Sucrerie indigène*, tome VII, p. 147. 1872.

« parce que leur réduction en présence du glucose n'est « pas nette; mais, en réalité, la différence essentielle « entre les li4ueurs des diverses formules consiste dans « la proportion d'alcali libre.

« Les liqueurs les plus alcalines présentent les réac- « tions les plus nettes en présence du glucose et sont « moins exposées aux altérations. M. Patterson a même « montré dernièrement que l'addition d'une certaine « quantité de soude caustique peut rendre ses qualités « premières à une liqueur altérée par une trop longue « conservation. »

« Le dosage du glucose par la méthode cuprique est exact quand on opère sur des dissolutions ne contenant que du glucose », dit M. Feltz; et pour démontrer qu'elle n'est plus exacte en présence du sucre cristallisable, il fait l'expérience suivante :

« 10 centim. cubes de liqueur cuprique préparée « d'après la formule de M. Viollette ont été additionnés « d'une dissolution sucrée contenant 6 grammes de sucre « raffiné; on a maintenu le mélange à l'ébullition dans « un petit ballon d'essai en verre; au bout de 25 minutes « d'ébullition, le cuivre a été précipité et la couleur « bleue a fait place à une couleur jaune intense. »

Le même résultat a été obtenu par diverses liqueurs cupriques, et la conclusion qu'en tire M. Feltz est qu' « il « paraît hors de doute que le sucre cristallisable réduit « la liqueur cuprique sous l'influence d'un excès d'al- « cali ».

Cette réduction a eu lieu dans l'expérience de M. Feltz, par une ébullition de 25 minutes, c'est-à-dire dans des conditions tout à fait en dehors de la pratique ordinaire de la méthode cuprique.

Deuxième objection de M. Feltz (1) : « Lorsqu'on « chauffe une solution de glucose avec un alcali, ce sucre « se transforme en une série de corps : acide saccharique, « acide glucique, acide apoglucique; les deux premiers

(1) *La Sucrerie indigène*, tome VII. 1872.

« réduisent la liqueur cupro-potassique, tandis que « l'acide apoglucique n'a aucune action sur ce réactif; il « est impossible de formuler les proportions de chacun « de ces produits, qui prennent naissance lorsqu'on traite « une solution de glucose par de la chaux à l'ébulli- « tion.

« Les dérivés calciques, comme l'acide saccharique de « Rechardt et l'acide glucique, qui réduisent la liqueur « cuprique, exercent évidemment une influence perturba- « trice sur le dosage du glucose, lorsqu'ils se présentent « dans les produits de nos usines. M. Dubrunfaut a ap- « pelé l'attention sur cette cause d'erreur dans un article « publié dans *la Sucrerie indigène* du 5 novembre 1869. « Il a fait ressortir la gravité de cette erreur qui fausse- « rait certaines analyses de mélasse au point de quadru- « pler la quantité réelle de glucose. Ainsi, M. Dubrun- « faut a trouvé, par la méthode cuprique, 10 p. 100 de « glucose dans une mélasse qui, dosée par la méthode « alcalimétrique, n'en indiquait que 2 p. 100. — Dans un « autre échantillon de mélasse, le même savant a trouvé « 4,02 p. 100 de glucose par la méthode alcalimétrique, « tandis que la méthode cuprique en indiquait 7,69 « p. 100 (1).

« L'erreur signalée par M. Dubrunfaut est si forte, qu'il « faudrait conclure que la méthode cuprique ne peut « donner que des indications erronées dans la plupart « des cas où on s'adresse à elle dans les fabriques de « sucre. »

Cette conclusion de M. Feltz n'est pas exacte : les différences observées par Dubrunfaut l'ont conduit au contraire à la nécessité de pratiquer les deux méthodes dans l'analyse des mélasses et même des sucres ; l'une, la méthode alcaline, pour doser le glucose à l'état de sucre; l'autre, la méthode cuprique, pour doser le glucose et les dérivés de glucose ensemble. En retranchant de la totalité de ce dernier chiffre la quantité de glucose dosée par la

(1) *La Sucrerie indigène*, tome V. 1870.

méthode alcaline, on obtient par différence, le titre des dérivés que l'on peut traduire en glucose.

Je montrerai dans la partie de cet ouvrage, traitant de l'application de l'analyse chimique à l'examen des produits des sucreries et des raffineries, le parti important à tirer de ces deux modes d'analyse, pratiqués simultanément sur les mêmes produits sucrés.

Il résulte encore d'expériences faites par M. Feltz, avec du sucre interverti, l'une avec de la chaux, l'autre avec de la soude caustique, que « les dérivés calciques du glu-
« cose exercent bien réellement une action perturbatrice
« sur le dosage du sucre incristallisable ; cette action est
« considérablement plus faible que ne l'admet M. Du-
« brunfaut ».

Cette conclusion de M. Feltz est encore erronée et ne peut infirmer les résultats annoncés par Dubrunfaut, par cette raison que M. Feltz, en répétant les expériences de Dubrunfaut, n'a pas opéré dans les mêmes conditions. M. Feltz a maintenu l'ébullition pendant 15 minutes, tandis que pour obtenir les nombres indiqués par Dubrunfaut, il suffit d'une ébullition durant une minute. Temps suffisant pour détruire complètement le glucose sucre, sans altérer les dérivés de glucose, qui peuvent également perdre leur titre cuprique par une ébullition plus prolongée.

Juillet 1873 (1). — Dans un nouveau travail sur le même sujet, M. Feltz continue ainsi :

« Dans un travail précédent, j'ai montré que la liqueur
« cupro-potassique ne peut servir à doser le glucose en
« présence d'un excès de sucre cristallisable. Les expé-
« riences citées avaient été faites avec des dissolutions
« sucrées ne contenant que des traces de glucose, en pré-
« sence de grandes quantités de sucre cristallisable ; l'es-
« sai par les liqueurs titrées exige dans ce cas un temps
« assez long et l'action réductrice du sucre de canne se
« trouve ainsi exagérée. On pourrait penser qu'en opé-

(1) Feltz, *La Sucrerie indigène*, tome VIII, p. 438. 5 juillet 1873.

« rant sur des mélanges plus riches en glucose, l'erreur « serait assez faible pour devenir négligeable ; mais le « dosage de glucose par la méthode cuprique n'est pas « plus exact dans les liquides contenant du sucre cristal- « lisable, soit avec de petites quantités de glucose, soit « avec de plus grandes quantités.

« On admet généralement, ajoute M. Feltz, que le « sucre de canne n'est pas modifié par les solutions de « soude caustique ; on a même fondé un procédé de do- « sage du glucose sur l'action différente de la soude sur « le glucose et sur le sucre. Divers essais m'ont prouvé « que dans les conditions de l'alcalinité de la liqueur cu- « prique, la soude agit sur le sucre cristallisable.

« Il ne paraît pas inutile d'insister, ajoute M. Feltz, sur « l'importance des erreurs qui peuvent résulter de l'em- « ploi de la méthode Barreswil dans l'appréciation du « degré de pureté des produits sucrés. »

Pour éviter l'action de l'alcali caustique sur le sucre cristallisable pendant l'essai, M. Feltz a opéré avec une liqueur cuprique partiellement neutralisée par un acide ; dans ce cas l'essai devient très difficile, l'oxydule de cuivre se précipite très lentement et l'essai accuse toujours des quantités de glucose trop fortes.

La neutralité poussée plus loin rend l'essai impossible.

La neutralité complète, avec addition de carbonate de soude, donne une erreur plus grande que la liqueur normale.

Les liqueurs cupriques, dans lesquelles le carbonate de soude remplace la soude caustique, comme l'a proposé M. Possoz, se prêtent encore plus difficilement aux dosages volumétriques. La fin de la réaction est tellement difficile à reconnaître que l'essai n'inspire plus aucune confiance.

Enfin, de toutes ses nombreuses expériences, M. Feltz arrive à conclure que « *la méthode volumétrique, fondée* « *sur la décoloration d'un volume déterminé de liqueur* « *cuprique d'un titre connu, ne peut servir à doser le* « *glucose en présence du sucre cristallisable.* »

Les expériences dont M. Feltz tire cette conclusion n'ont pas été faites dans les conditions ordinaires de l'essai par la méthode cuprique, qui ne demande qu'une minute ou tout au plus deux minutes, tandis que dans l'une de ses expériences M. Feltz a mis 20 minutes, dans une autre 38 minutes; dans une autre, où les deux tiers de la soude ont été saturées, il a fallu 150 minutes pour amener le même résultat. Ces expériences ne peuvent donc rien prouver contre la méthode de dosage du glucose par la liqueur cuprique, telle qu'elle est pratiquée, et qui donne des résultats suffisamment exacts avec la liqueur cuprique de M. Viollette et autres de même nature, lorsqu'elle est pratiquée dans les conditions ordinaires.

Malgré les conclusions qu'en a tirées M. Feltz, ses expériences n'en sont pas moins intéressantes, en ce sens qu'elles font connaître les conditions dans lesquelles l'essai ne doit pas être pratiqué pour donner un résultat exact.

En juillet 1873 (1), M. Loiseau confirmait les mêmes causes d'erreur signalées par M. Feltz; il en indiquait une autre due à ce que la soude favorise la recoloration en bleu de la liqueur cuprique, décolorée sous l'influence du sucre incristallisable, de telle sorte qu'un excès de soude peut donner des résultats *trop faibles*.

Les liqueurs cupro-potastiques, dit-il, ne doivent fournir aucun dépôt lorsqu'on les fait bouillir, alors même qu'on neutraliserait une partie de l'alcali qu'elles renferment; mais si elles contiennent du carbonate de soude, elles donnent toujours un dépôt et d'autant plus abondant qu'elles en contiennent plus. Ces liqueurs doivent donc être conservées à l'abri du contact de l'air.

Mais M. Loiseau, tout en confirmant les causes d'erreur signalées par M. Feltz, est loin de conclure, comme ce dernier, que la méthode ne peut donner de résultats exacts et doit être rejetée. Il arrive au contraire à la conclusion suivante :

« Des divers résultats consignés dans cette note, il ré-

(1) Loiseau, *La Sucrerie indigène*, tome VIII, juillet 1873.

« sulte que la méthode Barreswil, appliquée au dosage « du sucre incristallisable, peut fournir des résultats va- « riables avec la manière dont on l'applique. Il résulte, « en outre, que cette méthode, pratiquée avec une li- « queur peu alcaline ayant par titre une alcalinité qui « peut être neutralisée, n'exige pas plus de 240 cent. « cubes d'acide sulfurique titré au 1/10, fournit des ré- « sultats assez exacts et assez rigoureux pour répondre « aux nécessités des transactions commerciales.

« Cette méthode peut même s'appliquer aux dosages « des sucres bruts et fournir des résultats dont l'exacti- « tude atteint, si elle ne le dépasse, celle des essais pola- « rimétriques. »

Avril 1874 (1). — M. Possoz, dans le but d'éviter l'action de la soude caustique sur le sucre cristallisable qui fausse les résultats du dosage du glucose par la méthode cuprique lorsqu'on pratique l'essai sur une dissolution contenant les deux sucres, emploie une liqueur cuprique préparée de la manière suivante (M. Possoz avait déjà proposé en 1872 une liqueur carbonatée pour éviter l'altération du sucre par la soude caustique) :

Sel de seignette	300	grammes.
Eau distillée	300	—

On dissout le sel dans l'eau et l'on y ajoute :
Lessive de soude caustique à 36° Baumé D 1326=100gr

D'un autre côté, on prend :

« Sulfate de cuivre pur et cristallisé	40	grammes.
« Eau distillée	100	—
« Bicarbonate de soude	150	—

« On dissout le sulfate de cuivre dans l'eau et l'on « ajoute cette seconde dissolution à la première, et lorsque « le mélange est bien fait on le met dans un matras et

(1) Possoz, *Journal des fabricants de sucre*, avril 1874 (*La Sucrerie indigène*, tome VIII, p. 342-576. 1874).

« l'on y ajoute 150 grammes de bicarbonate de soude « en poudre.

« On mélange bien, on porte le matras sur le feu, on « porte à l'ébullition que l'on maintient pendant environ « une heure, c'est-à-dire jusqu'à ce qu'il ne se dégage plus « d'acide carbonique ; on laisse refroidir en ajoutant assez « d'eau pour former un volume de un litre (1) ; ensuite « on laisse déposer ***pendant au moins six mois*** avant de « filtrer au papier blanc.

« Pendant ce long repos, la liqueur laisse déposer un « peu de carbonate et d'oxyde de cuivre, ensuite elle de- « meure parfaitement stable à l'abri de la lumière solaire. « La liqueur filtrée est ensuite étendue d'eau distillée, en « quantité suffisante pour que 1 décigramme de sucre « prismatique pur, après son inversion, précipite l'oxyde « de cuivre contenu dans 40 centimètres cubes, par « exemple, de la liqueur cuprique carbonatée ainsi pré- « parée.

« Le dosage du glucose avec cette liqueur se pratique « à une température inférieure à celle de l'ébullition. Il « faut au moins une heure à la température du bain- « marie d'eau bouillante, même avec un excès de liqueur « cuprique. L'excès de liqueur cuprique est dosé par « l'une des méthodes recommandées pour le dosage du « cuivre.

« L'emploi des liqueurs cupriques carbonatées offre un « avantage précieux qui est très utile dans les analyses « des produits colorés : c'est de pouvoir apprécier, à l'aide « d'une petite lame de zinc ou d'étain, si l'expérience en « cours contient un excès de cuivre par une coloration « plus ou moins cuivrée sur la lame métallique.

« Ce moyen de vérification n'est pas possible avec les « liqueurs caustiques, car même en présence d'un excès « de sucre, elles tiennent toujours en dissolution de l'oxyde « de cuivre qui tache le métal, ce qui n'a pas lieu avec « les liqueurs carbonatées.

(1) Possoz, *La Sucrerie indigène*, tome VIII, p. 576.

« Ces mêmes raisons permettent d'apprécier l'excès de « cuivre réel employé avec une plus grande précision, « parce que l'oxyde de cuivre ne se redissout pas pendant « la filtration et les lavages, comme avec les liqueurs « caustiques. »

M. Possoz dit qu'avant de se servir de la liqueur, il faut attendre six mois, pendant lesquels il se précipite du carbonate et de l'oxyde de cuivre; mais il n'indique pas à quel caractère on peut reconnaître, avec certitude, que tout le carbonate et l'oxyde de cuivre, susceptible de se précipiter pendant cette longue attente, sont bien précipités, et si la liqueur cuprique ainsi préparée a une composition définitive et constante. S'il n'y a réellement que le temps pour caractère, ce caractère ne paraît guère positif et certain.

Novembre 1874 (1). — M. Lagrange, pour obtenir une liqueur cuprique qui n'éprouve aucune altération, ni par le temps, ni par l'ébullition, ni par le sucre cristallisable, propose de la composer de la manière suivante :

Tartrate neutre de cuivre sec.	10	grammes.
Soude caustique pure.	400	—
Eau.	500	—

Le tartrate de cuivre est préparé facilement en décomposant le sulfate de cuivre par le tartrate neutre de soude, le précipité vert d'eau est lavé par décantation et séché à 100°.

Décembre 1874 (2). — MM. Boivin et Loiseau, dans une note présentée à l'Académie des sciences, ayant pour titre *Influence de l'eau distillée sur la liqueur Sehling*, ont fait connaître un certain nombre de faits singuliers qu'il est utile de rappeler, pour éviter dans l'emploi de cette liqueur les causes d'erreur dans le dosage du glucose.

Ainsi 20 cent. cubes de la liqueur Fehling étendus d'eau

(1) Lagrange, *Journal des fabricants de sucre*, 5 novembre 1874.
(2) Boivin et Loiseau, *Journal des fabricants de sucre*, 21 décembre 1874.

distillée jusqu'à 1 litre, portés à l'ébullition, se décolorent en laissant précipiter de l'oxyde de cuivre ; si l'on concentre la même dissolution, la couleur bleue reparaît lorsque le liquide est arrivé au volume de **20** cent. cubes.

MM. Boivin et Loiseau considèrent cette décoloration comme un phénomène de dissociation analogue aux phénomènes de dissociation découverts par M. Sainte-Claire Deville.

Si au lieu d'eau distillée on prend de l'eau ordinaire, il n'y a pas de décoloration en faisant bouillir la dissolution, même si l'on pousse l'évaporation jusqu'à siccité.

La cause qui produit la dissociation de la liqueur Fehling dans l'eau distillée peut être paralysée par une très faible quantité d'un sel calcaire.

On obtient le même résultat avec les dissolutions suivantes, contenant des quantités variables de sels, soit :

Avec le chlorure de calcium, le chlorure de baryum, le chlorure de sodium, le chlorhydrate d'ammoniaque, le nitrate d'ammoniaque, le tartrate neutre de potasse, la potasse caustique, 150 grammes par litre.

« La constatation de ces faits, concluent MM. Boivin et « Loiseau, permet de pratiquer sûrement la méthode de « Barreswil pour doser de petites quantités de sucre « incristallisable, alors même que l'on n'a à sa disposition « que des eaux très pures. »

Janvier 1875 (1). — MM. Champion et Pellet confirment les résultats obtenus par MM. Feltz, Possoz, Boivin et Loiseau, et concluent de leurs expériences que « la liqueur « de Fehling étendue d'eau se décompose : 1° graduelle- « ment avec le temps d'ébullition ; 2° suivant la quantité « d'eau ajoutée et les proportions de sucre et de potasse ; « 3° la soude en solution chauffée en présence du sucre « modifie ce dernier, mais sans formation de glucose. Le « sucre pur, ajouté à la liqueur de Fehling portée à l'é- « bullition, donne naissance à un corps réducteur, glu- « cose ou autre. »

(1) Champion et Pellet, *Journal des fabricants de sucre*, 28 janvier 1875.

« Les diverses formules de la liqueur de Fehling qui « renferment de la soude ou de la potasse libre donnent « toutes des résultats analogues. »

MM. Champion et Pellet proposent le procédé suivant, pour le dosage du glucose en présence du sucre :

« La liqueur Fehling a été heureusement modifiée par « M. Possoz et préparée suivant ses indications, elle est « exempte des inconvénients signalés ci-dessus.

« Néanmoins, elle ne permettait pas de doser le glucose « en présence d'une grande quantité de sucre, attendu « que ce dernier se colore sous l'influence de l'acide « chlorhydrique concentré et de la chaleur, et s'oppose « au dosage du cuivre par le procédé de M. Weil, qui « consiste, comme on sait, à décolorer le bichlorure de « cuivre par une solution titrée de protochlorure d'étain. « Nous employons la méthode suivante, qui est due à « l'un de nous :

« Soit une liqueur contenant du sucre et une propor« tion quelconque de glucose. On l'additionne d'un excès « de la liqueur de M. Possoz, et on la maintient à la tem« pérature de 75 degrés au bain-marie environ pendant « trois quarts d'heure. On recueille sur un filtre l'oxydule « formé et on lave ; puis, on introduit le filtre encore hu« mide dans une capsule, et l'on ajoute de l'acide « chlorhydrique étendu, qui transforme le cuivre en « sous-chlorure de cuivre. On recueille la liqueur qu'on « porte à l'ébullition ; en ajoutant peu à peu quelques « cristaux de chlorate de potasse, la liqueur se colore et « le cuivre passe à l'état de bichlorure de cuivre vert jau« nâtre, qu'on titre par le chlorure d'étain.

« Ce procédé permet de doser exactement quelques « milligrammes de glucose renfermés dans 100 grammes « de sucre. »

Dans une note présentée à l'Académie des sciences en mars 1878, M. Pellet propose de modifier la formule et la préparation de la liqueur cuprique carbonatée de M. Pos-

soz, pour en rendre la préparation plus rapide et la composition plus stable (1).

M. Pellet compose sa liqueur de la manière suivante :

Sulfate de cuivre pur cristallisé	58gr,7
Sel de seignette	200gr,0
Carbonate de soude sec et pur	100gr,0
Chlorhydrate d'ammoniaque	6gr,87

L'addition du sel ammoniaque a pour but de maintenir la stabilité de la liqueur pendant sa conservation, comme l'a conseillé M. Monnier pour la liqueur Fehling.

Toutes les substances indiquées ci-dessus sont mélangées avec 500 ou 600 grammes d'eau distillée; on fait dissoudre au bain-marie, puis après refroidissement on complète au volume.

Le titre de cette liqueur est, pour 10 cent. cubes, de 0gr,05 de sucre; ce titre n'est exact qu'avec les volumes ci-après :

Liqueur cuprique	20 cent. cubes.
Volume du liquide sucré avec ou sans eau	30 cent. cubes.

Le volume du liquide au sein duquel s'opère la réduction du sel de cuivre ayant une influence réelle sur la quantité de glucose indiquée par l'essai, il est nécessaire d'en tenir compte dans le titrage de la liqueur d'épreuve; aussi, M. Pellet recommande d'en déterminer le titre à l'aide de deux opérations faites avec les mêmes doses de liqueur titrée, en faisant varier le volume de la dissolution de glucose, dans deux opérations, avec les doses suivantes :

	Pour la 1re opération.	Pour la 2e opération.
Liqueur d'épreuve	20 cent. cub.	20 cent. cub.
Liqueur glucose	10 —	10 —
Eau	20 —	50 —
	50 cent. cub.	80 cent. cub.

(1) Pellet, *Comptes rendus de l'Académie des sciences*, du 4 mars 1878 (*Journal des fabricants de sucre*, du 20 mars 1878).

L'essai fait dans chaque opération

Accuso :	Sucre................	0,05	0,0533
	Glucosc.............	0,0526	0,0561
Pour :	Cuivre..............	0,1693	0,1693

Le mode d'emploi de cette nouvelle liqueur, désignée par M. Pellet sous le nom de liqueur carbonatée stable, est le même que celui qui a été indiqué par Possoz, Weil et Pellet. Ce mode est le suivant :

« *Dosage du glucose dans les liqueurs contenant du* « *sucre et du glucose.* — La liqueur bleue est mise en « contact avec le liquide sucré ; chauffer une demi-heure « au bain-marie, recueillir le précipité sur un filtre, laver, « dissoudre l'oxydule de cuivre dans l'acide chlorhy- « drique étendu et chaud, oxyder par du chlorate de po- « tasse ou du permanganate, chasser l'excès de chlore et « décolorer à l'ébullition par une dissolution de proto- « chlorure d'étain titrée.

« On opère de même pour les dissolutions sucrées ne « contenant que du glucose, mais colorées.

« *Dosage du glucose total dans les liquides incolores.* « — La réduction se fait comme ci-dessus, mais au lieu « de doser le précipité, on ajoute avec précaution dans « le ballon de l'acide chlorhydrique bouillant ; tout le « protoxyde de cuivre se dissout sans coloration et ne « titre pas par le protochlorure d'étain.

« Au contraire, l'excès de cuivre de la liqueur bleue, « qui doit toujours exister, passe à l'état de perchlorure « cuprique coloré et titrant par le chlorure stanneux. »

Ces observations concernent la liqueur cuprique carbonatée de M. Pellet ; mais les mêmes variations dans le dosage du glucose dans les sucres, suivant le volume de la dissolution, se produisent aussi avec la liqueur cuprique alcaline caustique ordinaire, soit celle de M. Viollette ou toute autre.

M. Émile Viard, dans un travail d'une précision remarquable, a déterminé ces variations avec l'emploi de la

liqueur Viollette, dans des conditions bien déterminées, avec des sucres de différentes origines, ainsi qu'avec des sirops de raffinerie et des mélasses (1).

Les résultats obtenus par M. É. Viard, sont résumés dans le tableau suivant :

(1) Émile Viard, *Journal des fabricants de sucre*, du 6 mars 1878.

DÉSIGNATION DES SUBSTANCES.	QUANTITÉ de LIQUEUR VIOLETTE employée.	GLUCOSE POUR 100 DE SUCRE. 1re CONDITION. — 5 gr. sucre pour 100 c. cub. de dissolution.	2e CONDITION. — 10 gr. sucre pour 100 c. cub. de dissolution.	3e CONDITION. — 20 gr. sucre pour 100 c. cub. de dissolution.	4e CONDITION. —
Sucre brut de canne...........	avec 5 c. cub.	3,83	3,93	4,22	
	— 10 —	3,86	3,93	4,29	
	— 20 —			4,37	
Sucre brut de canne venant de Mayotte..................	— 5 —	2,59	2,81	2,91	
	— 10 —	2,68	2,84	2,80	
	— 20 —			2,84	
Autre échantillon venant de Mayotte............	— 10 —	3,00	3,06	3,10	
	— 20 —			3,16	
Sucre de la Réunion...........	— 5 —	3,68	3 71	3,71	
	— 10 —			3,85	
	— 20 —			3,99	
Avec sirop vert..............		1 gr. sirop, eau = 100 c. cub.	2 gr. sirop, eau = 100 c. cub.	3 gr. sirop, eau = 100 c. cub.	5 gr. sirop, eau 100 c. cub.
	— 5 —	12,77	12,86	13,04	13,10
	— 10 —				13,17
	— 20 —				13,25
Avec mélasse de raffinerie de sucre de canne...............		1 gr. mélasse.	2 gr. mélasse.	4 gr. mélasse.	
	— 5 —	40,62	40,94	41,69	
	— 10 —	41,27	41,27	42,62	
			41,66	42,79	

On peut juger par les nombres renfermés dans ce tableau, de l'exactitude très approximative de ce mode de dosage, même en opérant avec des doses, soit par rapport au sucre, soit par rapport à la liqueur d'épreuve, variant du simple au double; il n'est donc pas difficile, dans l'application de la méthode cuprique, de se renfermer dans des conditions de volume qui se rapprochent du volume de la dissolution avec laquelle s'est opéré le titrage présumé de la liqueur cuprique, et d'obtenir des résultats au moins aussi précis et beaucoup plus rapides avec la liqueur alcaline caustique de Fehling, Viollette, et autres semblables, qu'avec les liqueurs carbonatées de Possoz, Weil, Champion et Pellet, etc.

La difficulté résultant de l'augmentation de volume pendant l'essai existe surtout pour les liquides sucrés contenant peu de glucose.

Un autre inconvénient apparaît également lorsqu'on opère sur les liquides sucrés colorés : la liqueur cuprique se trouvant ainsi étendue, la disparition de la couleur bleue et le moment de sa disparition sont plus difficiles à saisir.

Il est possible de ramener l'essai à un volume à peu près constant au moyen d'une dissolution de sucre interverti ; à cet effet, on fait un premier essai du liquide sucré à examiner, pour reconnaître la quantité approximative de glucose qu'il contient.

Dans un deuxième essai, on ajoute à la liqueur cuprique une quantité déterminée de la dissolution à essayer, mais en trop petite quantité pour réduire toute la liqueur cuprique, et l'on achève l'opération avec la liqueur titrée de sucre interverti, suffisamment chargée de sucre interverti pour arriver à limiter le volume du liquide au milieu duquel s'opère la réduction, de manière à rendre ce volume constant ou à peu près, pour tous les essais.

Il est à remarquer qu'en terminant l'essai par l'emploi de la dissolution de sucre interverti, le point terminal de l'opération est bien plus facile à saisir.

L'essai terminé, on déduit de la quantité de glucose

accusée par l'essai la quantité de glucose faisant partie de la dissolution de sucre interverti employé.

De tout ce qui précède, on peut conclure qu'il n'est pas nécessaire, pour obtenir des nombres suffisamment exacts, d'avoir recours à d'autres liqueurs cupriques que celle de Viollette, et autres liqueurs de même genre.

C'est la conclusion à laquelle sont arrivés tous les expérimentateurs qui ont fait usage avec suite de ce procédé de dosage, et chacun a fait pour son compte, dans le silence du laboratoire, le travail dont il vient d'être rendu compte.

Dès 1869, Dubrunfaut répondait aux critiques faites de cette méthode, et de l'usage qu'il en avait fait, dans les termes suivants (1) :

« Les glucoses qui se trouvent dans les sucres bruts ou « sont optiquement neutres, ou bien ils s'y trouvent en « proportions telles que leur rotation propre, comme « sucre interverti, échappe aux prescriptions de l'instru- « ment.

« Ce n'est donc qu'à l'aide de méthodes chimiques « analogues à la méthode imaginée par Barreswil que « l'on peut arriver à doser les glucoses; et c'est là, en « effet, le seul moyen employé par les essayeurs du com- « merce.

« Cette méthode, fondée sur une réaction carastéris- « tique, est sans doute délicate à manier, et elle peut par « là même offrir des nuances d'exactitude aux mains des « expérimentateurs. Elle peut, en effet, doser des quan- « tités infiniment petites de glucoses, puisque ces quan- « tités sont, au besoin, exprimées par des dix millièmes « ou même par des cent millièmes de gramme. Cette « excessive délicatesse d'un précieux réactif pourrait-elle « être un argument contre sa valeur et contre son em- « ploi? Évidemment non !

« L'un des inconvénients de la méthode Barreswil

(1) Dubrunfaut, *La Sucrerie indigène*, tome , 1869; *Le Sucre*, tome II, p. 10, 1878.

« est d'utiliser une réaction chimique qui n'est pas ap-
« puyée sur une propriété exclusive des glucoses, c'est-
« à-dire sur la réduction de CuO en Cu^2O sous l'influence
« des alcalis et sous l'influence des substances avides
« d'oxygène; l'on sait en effet qu'un certain nombre de
« substances connues possèdent cette propriété.

« Cependant, dans la généralité des cas où l'on a uti-
« lisé le réactif cuprique comme base de saccharimétrie,
« il a fourni des nombres qui ont inspiré assez de con-
« fiance à d'habiles expérimentateurs pour justifier son
« adoption. Telles sont au moins les opinions de MM. Feh-
« ling, Viollette, Landolt et autres savants qui se sont
« occupés de régulariser et perfectionner la méthode.

« La question importante dans ce genre d'applications
« est de rechercher toutes les particularités qui peuvent
« fausser les indications, et de s'efforcer d'en contrôler
« l'exactitude par des réactions qui soient elles-mêmes à
« l'abri de causes d'erreur.

« En utilisant depuis longtemps la méthode Barreswil
« dans nos études appliquées aux matières sucrées, nous
« nous sommes abstenu de la prendre pour base de mé-
« thode saccharimétrique générale, comme le recom-
« mandent MM. Landolt et Viollette, et nous nous
« sommes borné à l'utiliser pour la seule recherche des
« glucoses ou pour le dosage de quantités de sucre cris-
« tallisable qui échappent aux prescriptions du sacchari-
« mètre; dans ce dernier cas, évidemment, nous sommes
« obligé d'intervertir préalablement le sucre avant de le
« soumettre au réactif cuprique.

« Dans de telles conditions; la méthode est toujours
« acceptable, et elle est presque inévitable, puisque le
« réactif cuprique est le seul connu qui puisse s'appliquer
« utilement à de petites quantités de matière.

« La méthode cuprique bien employée est d'une préci-
« sion qui la rend précieuse, et cette précision dépend
« moins des diverses recettes utilisées pour la composi-
« tion de la liqueur d'épreuve, que des soins qu'on ap-
« porte dans son emploi et dans la détermination de son

« titre réel. Ce titre a besoin d'être vérifié fréquemment
« avec une dissolution titrée de glucose pur, car la liqueur
« s'altère dans des conditions peu connues ou mal défi-
« nies (1).

« On connaît et on utilise au moins trois ou quatre for-
« mules pour la préparation de la liqueur cuprique ; mais
« les bases principales sont toujours les mêmes : c'est le
« tartre ou le sel de Seignette, le sulfate de cuivre et un
« alcali en excès variable (soude ou potasse).

« On a reproché à ce réactif une infidélité qui ne lui
« appartient pas : celle de donner l'oxydule de cuivre par
« une simple ébullition ; ce fait est inexact, s'il s'est
« produit, ce ne peut être qu'avec une liqueur impure
« ou avec l'emploi de vases malpropres. »

Une des causes d'altération de la liqueur alcalino-cuprique est son exposition fréquente à l'air et la carbonatation de l'alcali caustique qui en résulte.

La liqueur carbonatée n'ayant pas la propriété de dissoudre autant de cuivre qu'à l'état caustique, si l'on néglige de la soustraire à l'influence de l'acide carbonique de l'air, une partie de l'oxyde de cuivre se précipite.

En 1876, M. A. Girard, dans son rapport au Ministre de l'agriculture et du commerce sur les procédés saccharimétriques et les rendements des sucres bruts au raffinage, s'exprime sur la même question dans les termes suivants (2) :

« La préparation de la liqueur cuprique exige certaines
« précautions, et l'on a publié, dans ce but, un grand
« nombre de formules. Nous ne nous étendrons pas sur ce
« sujet. Les proportions indiquées par MM. Viollette,
« Champion et Pelet Loiseau, etc., donnent toutes égale-

(1) Dubrunfaut, *La Sucrerie indigène*, 5 novembre 1869 ; *Le Sucre*, tome II, p. 19, 1878.

(2) Rapport à M. le Ministre de l'agriculture et du commerce sur les procédés saccharimétriques et le rendement des sucres bruts au raffinage. — Commission composée de MM. Bardy, V. de Luynes, A. Girard et A. Riche ; rapporteur, M. Aimé Girard.

Le journal *Le Sucre*, 31 octobre 1876.

« ment, comme l'ancienne formule de Fehling, de bons « résultats lorsque la préparation a été faite avec des pro- « duits suffisamment purs et conduite avec soin. Le chi- « miste devra seulement s'astreindre à vérifier si la liqueur « titrée qu'il emploie ne se décompose pas spontanément « par l'ébullition et si elle ne se trouble pas par la dilu- « tion au moyen de l'eau distillée.

« Une objection a été faite cependant, notamment par « MM. Feltz, Loiseau, etc., au procédé de dosage cupro- « alcalin, et cette objection a été reproduite par M. le doc- « teur Gunning dans son rapport. Elle résulte de ce fait « qu'à la longue, en présence du glucose, le saccharose « finit par subir, au contact de l'oxyde de cuivre alcalin, « une altération capable d'influer sur les résultats.

« C'est pour obviér à cet inconvénient possible, et aussi « pour obtenir des résultats plus prompts, qu'au cours des « conférences internationales de 1873, MM. de Luynes et « Aimé Girard avaient proposé d'effectuer le dosage en « suivant une marche inverse, opérant dans des capsules « ouvertes, en présence de liqueurs étendues, versant la « solution cuprique dans la liqueur sucrée par volumes « successifs, et se plaçant enfin dans des conditions ana- « logues à celles adoptées pour l'essai des monnaies. Mais « l'expérience a montré que les appréhensions fondées sur « l'altération possible du saccharose étaient tout au moins « exagérées; que la manière de faire qui vient d'être dé- « crite n'était point indispensable, et qu'en suivant la mar- « che ordinaire, pourvu que l'opération fût conduite rapi- « dement, on arrivait à des dosages exacts, parfaitement « comparables entre eux; et c'est de cette façon, en somme, « que se font aujourd'hui tous les dosages de glucose, « tant dans les laboratoires de l'État que dans les labora- « toires particuliers. »

Toutes les critiques qui ont été faites et qui viennent d'être longuement énumérées, sur la valeur de la méthode cuprique avec les liqueurs titrées caustiques pour le dosage des sucres réducteurs dans les dissolutions de sucre cristallisable, n'ont donc pas le degré d'importance que

quelques chimistes leur ont donné; cependant il ne faut pas en conclure qu'elles n'ont pas eu leur degré d'utilité; en effet, pour mener à bien une opération quelconque, il faut en connaître aussi bien les conditions d'insuccès que les conditions de succès, c'est à ce titre que nous les avons reproduites, sachant par expérience qu'elles n'étaient nullement fondées.

Les diverses méthodes qui ont pour but de doser le cuivre précipité dans l'essai, soit directement, soit en le redissolvant, ne sont guère employées dans les analyses ordinaires, à cause du temps qu'elles exigent; et d'ailleurs, comme on l'a vu plus haut, elles ne sont pas indispensables pour le chimiste familiarisé avec le dosage direct du glucose par les liqueurs cupriques caustiques titrées; on peut y avoir recours en cas d'incertitude ou pour donner aux résultats de ces essais une consécration plus rigoureuse et plus scientifique.

C'est ainsi que MM. Aimé Girard et Laborde, dans de nombreux essais de dosage du glucose dans divers sirops de raffinerie par la liqueur cuprique caustique ordinaire, ont employé la réduction par l'hydrogène, de l'oxyde de cuivre précipité pendant l'essai, et la pesée du cuivre métallique qui en résulte (1).

Je terminerai cette analyse des travaux faits jusqu'à ce jour sur cette question, en reproduisant certaines parties d'un très bon travail publié dans ces derniers temps par M. Émile Viard, dans le *Journal des fabricants de sucre*, sur le dosage des sucres réducteurs au moyen des liqueurs titrées (2), particulièrement dans les sucres bruts de canne.

« *Du point terminal.* — Certains chimistes ont adopté
« la teinte jaune dans tous les cas; d'autres s'arrêtent dès
« qu'elle paraît, sans tenir compte de la teinte verte ou
« sombre qui y est mélangée.

« Ces deux manières d'opérer conduisent à des résul-
« tats erronés dans un grand nombre d'essais.

(1) A. Girard et Laborde.
(2) E. Viard, *Journal des fabricants de sucre* du 6 mars 1878.

« En effet, certains sucres possèdent, soit des sucres « réducteurs, soit d'autres substances qui agissent sur la « soude et se colorent en jaune avant que la réduction « du sel de cuivre soit complète, ce qui se voit facilement « par la présence du cuivre dans le liquide jaune ver- « dâtre filtré ; d'autres sucres ne colorent la soude que « quelques instants après que le cuivre a disparu.

« Plus le volume de liqueur de cuivre est grand, plus « la coloration jaune apparaît vite ; lorsque le point ter- « minal n'est pas atteint, le liquide surnageant se colore « rapidement en bleu par la redissolution du cuivre, et « quand il est atteint cette action est beaucoup plus lente.

« Avec des sucres pauvres en glucose, et par consé- « quent avec des liquides étendus, la redissolution se « fait rapidement, et si la liqueur cuprique précipite mal, « on peut, en laissant reposer, arriver à un résultat très « erroné.

« Pour juger le point terminal, il faut aller très vite à « la fin de l'opération, et dépasser le point dans tous les « cas, sauf à déduire la quantité de liquide ajoutée pour « dépasser ce point.

« Avec beaucoup de sucre on obtient un liquide clair « ou jaune paille (couleur de la dissolution sucrée) ; dans « ce cas, il faut s'y arrêter et ne pas chercher la couleur « jaune pour point final, il y aurait erreur.

« Avec d'autres sucres on voit la couleur jaune se « produire avant la réduction ; dans ce cas le liquide est « jaune sale verdâtre ou sombre ; il faut alors ajouter du « liquide sucré jusqu'à ce que la teinte verte ou sombre « disparaisse. On arrive ainsi à voir le liquide changer « immédiatement de couleur et devenir franchement « jaune. On déduit alors la dernière goutte ayant produit « l'excès de couleur jaune.

« Il faut éviter avec soin, pendant l'essai, que la flamme « dépasse le niveau du liquide et même l'atteigne, car « alors il y a réduction sans que les sucres réducteurs y « participent.

« De tous ces essais, il résulte :

« 1° Que les sucres réducteurs de la liqueur de cuivre
« ne la réduisent pas exactement proportionnellement à
« leur poids;
« 2° Que plus le liquide sucré est étendu, plus il faut
« de sucre réducteur pour obtenir la réduction;
« 3° Que plus la quantité de liqueur cuprique est forte,
« plus la réduction se fait vite;
« 4° Que la soude agit comme colorant en jaune avant
« ou après la réduction, suivant la nature des sucres et
« l'excès de la liqueur de cuivre;
« 5° Que la liqueur de cuivre étendue de beaucoup
« d'eau demande plus de sucre réducteur pour être ré-
« duite.
« La liqueur de Monnier donne les mêmes nombres
« que la liqueur de Viollette.
« Tout chimiste doit titrer sa liqueur de cuivre, et, une
« fois titrée, faire toutes ses expériences avec les mêmes
« instruments gradués, et surtout rester au même jour,
« car un liquide parfaitement clair au grand jour paraît
« sombre et non réduit dans un jour obscur.
« Le titrage de cette liqueur est très facile. Pour être
« très exact, on fait l'opération en double; on pèse en
« deux fois $4^{gr},75$ de sucre en pain desséché; ce sucre
« est assez pur pour cet essai, pourvu que le grain soit
« de belle qualité. On y ajoute à chaque pesée, dans un
« ballon de 100 cent. cubes, de l'eau et quelques gouttes
« d'acide chlorhydrique, et on fait bouillir pendant 3 mi-
« nutes environ; s'il se produisait une teinte jaune dans
« le liquide, l'opération serait manquée: on ajoute alors
« le double d'eau froide et on laisse refroidir.
« On prend alors chacune de ces dissolutions, on fait
« avec l'une et de l'eau 500 cent. cubes, et avec l'autre
« 1000 cent. cubes ou un litre. On cherche alors combien
« il faut de centimètres de chacun de ces liquides pour
« neutraliser 10 cent. cubes de la liqueur de Viollette.
« On doit arriver à trouver exactement dans la deuxième
« opération le double de cent. cubes que la première:
« alors on est sûr de son titrage. 4,75 de sucre en pain

« représentent 5 grammes de sucre incristallisable; le « nombre de cent. cubes de la première opération in- « dique le nombre des centigrammes de sucres réduc- « teurs nécessaires pour réduire 10 cent. cubes de la li- « queur de cuivre.

« Ces données étant posées pour opérer exactement, « il faut prendre 10 cent. cubes de la liqueur cuprique « que l'on étend de son volume d'eau, et maintenir la « quantité de liquide sucré dans la proportion de 8 cent. « cubes à 12 cent. cubes. Lorsque la quantité de liquide « sucré est inférieure, il faut étendre d'eau, de manière à « revenir à cette quantité; lorsque la quantité est supé- « rieure, il faut y revenir, par une nouvelle pesée, pour « les sirops et les mélasses. »

III.

1° *Dosage du sucre incristallisable, glucose, sucre interverti, sucres réducteurs par la liqueur alcalino-cuprique titrée de Fehling.*

On range sous le nom générique de sucre incristallisable, glucose, sucres réducteurs, tous les sucres qui ont la propriété de ramener les sels de bioxyde de cuivre en protoxyde contenus dans la liqueur Fehling ou dans toute liqueur alcaline cuprique semblable.

Ces sucres, tels que : sucre interverti, glucose, lévulose, etc., quoique de nature et de provenance différentes, peuvent donc être dosés par la méthode qui vient d'être décrite pour le dosage du sucre cristallisable (saccharose), avec cette exception que le dosage du sucre cristallisable exige une transformation préalable en sucre interverti, tandis que cette transformation est inutile lorsque le sucre incristallisable existe dans la matière sucrée soumise à l'analyse.

Avant de procéder au dosage du sucre cristallisable par le procédé Barreswil, il est indispensable de s'assurer si la matière soumise à l'analyse contient du sucre

incristallisable, et de doser par la même liqueur alcalino-cuprique la quantité de ce sucre qui s'y trouve.

Lorsque le glucose préexistant se trouve ainsi dosé, on peut, sur une autre partie de la dissolution, pratiquer le procédé Barreswil pour le dosage du sucre cristallisable.

L'essai et la manière de conduire l'opération sont exactement les mêmes dans les deux cas, et tout ce qui a été dit dans la première partie de ce paragraphe sur le dosage du sucre cristallisable après inversion, par la méthode alcalino-cuprique, s'applique parfaitement au dosage du glucose préexistant dans la matière sucrée soumise à l'analyse.

Ainsi donc, le dosage des deux sucres, glucose et saccharose, existant dans une dissolution sucrée, nécessite deux opérations avec la liqueur alcalino-cuprique :

Une première opération sur une partie de la dissolution qui dose le glucose préexistant.

Une deuxième opération sur une autre partie de la dissolution qui dose, en les confondant, le sucre préexistant et le sucre résultant de l'interversion du sucre cristallisable par l'acide ajouté.

Le nombre fourni dans la deuxième opération représente la totalité des deux sucres.

Le nombre obtenu dans la première opération représente le glucose préexistant.

En retranchant le nombre obtenu dans la première opération du nombre obtenu dans la deuxième, il reste un nombre qui représente le glucose correspondant au sucre cristallisable.

Ces nombres peuvent être traduits, soit en glucose, soit en saccharose, selon que l'on admet pour point de départ dans le titrage de la liqueur alcalino-cuprique d'épreuve, de la saccharose ou du glucose.

Dans toutes les analyses qui seront relatées dans cet ouvrage, les nombres obtenus ont toujours été traduits en proportions de saccharose.

Il a été fait, dans la pratique de ces analyses, suivant

la nature des matières sucrées, diverses observations pratiques dans le but de donner une plus grande précision aux résultats: Ces observations, qui n'ont pas été indiquées dans ce qui précède, trouveront place dans la description pratique de ces moyens d'analyse.

IV.

Dosage du glucose par la méthode alcaline par Dubrunfaut.

« Nous avons fait connaître, écrit M. Dubrunfaut (1), « il y a longtemps, une méthode qui nous a servi exclu« sivement au dosage des glucoses des mélasses à partir « de l'année 1849 ou 1850.

« Cette méthode est fondée sur la propriété que pos« sèdent les alcalis caustiques de transformer les glucoses « en acides organiques, qui, dans des conditions données, « les saturent en proportions constantes; et quelle que soit « la nature de ces acides, simple ou complexe, quand on « détermine avec exactitude leur équivalent à l'aide de « la saturation, on peut, avec une exactitude suffisante, « conclure le glucose et ses proportions.

« Notre pratique consistait à chauffer à 100 degrés, « pendant quelques instants (une à deux minutes), le li« quide suspecté de glucose, additionné d'une liqueur « alcaline titrée, et le titre glucose était conclu de la pro« portion d'alcali disparue à l'aide d'un coefficient con« stant. Ainsi, nous avions reconnu par de nombreuses « expériences que la disparition de 830 degrés de la li« queur alcalimétrique de Gay-Lussac ou $41^{gr},5$ d'acide « sulfurique monohydraté correspondait à 100 grammes « de sucre de canne transformé en glucose.

« La méthode est simple et facilement praticable. Il « suffit de prendre un poids connu de mélasse suspecte, « de la mêler avec une dissolution de soude caustique

(1) Dubrunfaut, *La Sucrerie indigène*, tome IV, p. 203, 5 novembre 1869; *Le Sucre*, tome II, page 17, 1878.

« titrée en proportion de celle qui devait disparaître par
« le chauffage, et de titrer alcalimétriquement le liquide
« altéré; le titre alcalin disparu donnait le titre glucose
« à l'aide du coefficient 830 degrés.

« Nous avons eu souvent l'occasion de comparer les
« nombres obtenus par cette méthode avec les nombres
« plus précis donnés par la méthode Barreswil, et nous
« les avons toujours trouvés concordants.

« Dans cette méthode, l'alcali disparu, qui donne le
« titre glucosique, représente approximativement 1 équi-
« valent 1/2 de soude pour 1 équivalent de glucose.

« Ce fait prouve que le dérivé de glucose qui se produit
« dans ces conditions n'est pas l'acide glucique de
« M. Péligot, et il correspond assez exactement à la com-
« position connue de l'acide apoglucique. »

Le dérivé de glucose qui se forme dans ce cas n'a aucune action sur la liqueur cuprique.

D'après les expériences de Dubrunfaut, si, au lieu de faire l'essai avec une dissolution sucrée de potasse ou de soude caustique, on emploie de la chaux, soit, par exemple, pour rendre le dosage plus facile, une dissolution de sucrate de chaux titrée la réaction sur le glucose se produit de la même manière, le glucose existant est également détruit. Il se forme un dérivé de glucose qui est, comme dans le premier cas, un acide qui entre en combinaison avec la chaux, mais qui possède la propriété de réduire la liqueur cuprique comme le glucose lui-même, avec cette différence que sa propriété réductrice se trouve réduite de moitié.

Il résulte de ces faits que si la matière sucrée soumise à l'analyse contient du glucose et des dérivés du glucose, comme cela arrive à peu près constamment dans les sirops et les mélasses de raffinerie, et quelquefois dans les sirops et mélasses des sucreries, où l'on emploie généralement la chaux pour empêcher l'altération des sirops connue sous le nom de fermentation; si, dans ces circonstances, on emploie pour le dosage du glucose la liqueur alcalino-cuprique, on dosera en même temps le glucose

et les derivés de glucose qui peuvent s'y trouver, et le résultat de l'analyse sera entaché d'erreur, puisque le titre cuprique des dérivés du glucose est moitié moins élevé que celui du glucose.

Si l'on emploie la méthode alcaline, le résultat sera également entaché d'erreur, puisque la soude ou la potasse caustique agissent également sur les dérivés de glucose en perdant de leur titre.

Ces faits bien établis ont conduit Dubrunfaut à substituer à la potasse ou à la soude caustique une dissolution de sucrate de chaux titrée, qui a une action destructive sur le glucose, et qui n'a aucune action sur les dérivés de glucose.

Dans la pratique, on donne à cette dissolution un titre alcalin équivalent à la liqueur acide de Gay-Lussac, de manière à ce que ces deux liqueurs titrées se fassent équilibre sous le même volume, c'est-à-dire que 100 degrés de la liqueur d'acide sulfurique saturent exactement 100 degrés de la dissolution de sucrate de chaux.

L'essai avec la dissolution de sucrate de chaux se fait exactement dans les mêmes conditions qu'avec la soude caustique; le nombre de degrés de chaux saturés par la réaction du glucose représente la même quantité de sucre cristallisable transformé en glucose, soit 830 degrés pour 100 grammes de sucre cristallisable; seulement, pour rendre l'essai le plus exact possible, il est nécessaire d'employer une quantité de liqueur titrée de sucrate de chaux double de celle qui sera détruite par la réaction du glucose, c'est-à-dire que l'on doit trouver après la réaction un titre alcali au moins égal à celui qui a disparu; un titre moins élevé nuirait à l'exactitude du dosage; un titre plus élevé n'aurait pas le même inconvénient, mais à la condition de ne soumettre la dissolution sucrée en présence de la chaux qu'à une simple ébullition d'une durée d'une minute; une plus longue ébullition ferait peu à peu disparaître une partie du titre. C'est ce fait qui explique les résultats variables qu'ont obtenus plusieurs chimistes avec l'emploi de ce procédé.

Le procédé de dosage du glucose par la méthode alcaline qui vient d'être décrit peut également s'appliquer au dosage du sucre cristallisable ; mais il faut avoir recours à l'interversion comme dans le procédé Barreswil, et il ne peut être appliqué que lorsque le sucre cristallisable a été transformé en sucre interverti, et que la dissolution sucrée résultant de l'interversion a été neutralisée ; mais il est moins exact, surtout pour le dosage de petites quantités de sucre ; aussi, il ne doit être employé que comme contrôle ou dans le cas de liquides sucrés très colorés où le procédé Barreswil présenterait des difficultés.

V.

Dosage des dérivés du glucose.

On a vu dans ce qui précède que les dérivés du glucose produits par l'action destructive de la chaux sur le glucose ont la propriété de réduire la liqueur alcalino-cuprique comme le glucose lui-même, mais à un moindre degré sous le même poids.

On a vu également que la chaux est sans action sur les dérivés du glucose ; qu'elle ne détruit pas leur pouvoir réducteur, à la condition de ne pas prolonger l'ébullition pendant l'essai au delà d'une minute, temps suffisant pour détruire le glucose.

Ces faits ont conduit Dubrunfaut a un moyen de dosage des dérivés de glucose qui peuvent se rencontrer dans les sirops et mélasses en cours de fabrication.

Ces dérivés proviennent de l'altération du glucose, et le glucose lui-même provient le plus souvent de l'altération du sucre cristallisable pendant les opérations de la fabrication et du raffinage. Il est donc du plus grand intérêt pour le fabricant de sucre et pour le raffineur de pouvoir doser les dérivés de glucose, et de déterminer ainsi les pertes qu'ils représentent.

Le procédé de dosage des dérivés du glucose, tel qu'il était pratiqué dans le laboratoire Dubrunfaut, consiste à

prendre le titre glucose de la dissolution à analyser par la méthode cuprique ; puis, sur une autre partie de la dissolution, prendre le titre glucose par la méthode alcaline.

Si la dissolution sucrée soumise à l'analyse ne contient pas de dérivés de glucose, mais seulement du glucose à l'état de sucre, la quantité de glucose accusée par les deux méthodes sera à peu près la même.

Si au contraire elle contient des dérivés du glucose, la quantité du glucose accusée par la liqueur cuprique sera plus grande, et d'autant plus grande que ces dérivés y seront en plus grande quantité.

En retranchant de cette quantité celle qui est accusée par la méthode alcaline, le nombre représentant la différence donnera la quantité de dérivés de glucose contenus dans la dissolution analysée.

Or, comme ces dérivés ont un pouvoir moitié moindre que le glucose, en multipliant cette quantité par 2 on obtiendra la quantité de sucre cristallisable que représenteront les dérivés du glucose ainsi constatés.

C'est donc dans l'emploi simultané de la méthode cuprique et de la méthode alcaline que se trouve renfermé le procédé de dosage des dérivés du glucose.

Mais il est certaines précautions à prendre pour obtenir des nombres exacts.

Ainsi le liquide sucré à analyser par la liqueur alcalino-cuprique ne doit subir aucun traitement dans le but de le décolorer.

La couleur foncée des dissolutions sucrées rend plus difficile le dosage par la méthode cuprique, et il faut une certaine habitude de ces dosages pour saisir le point terminal où tout le glucose a disparu de la dissolution sans excès de la liqueur cuprique. Dans beaucoup de laboratoires, pour rendre cet essai plus facile, on traite la dissolution à analyser par le sous-acétate de plomb, puis, pour enlever l'excès de plomb, par le sulfate de soude ; ou bien encore on décolore par le noir animal en poudre.

Ces divers moyens enlèvent la plus grande partie de

la couleur et rendent l'essai par la méthode cuprique beaucoup plus facile, mais ils enlèvent tout ou partie des dérivés de glucose.

On a contesté ce résultat. « Il est erroné de croire, dit « M. Possoz, que l'emploi du sous-acétate de plomb et « du sulfate de soude pour éliminer l'excès de plomb « élimine du glucose, ainsi qu'on l'a prétendu (1) ». Cette assertion de M. Possoz est parfaitement vraie pour les dissolutions de glucose sucre, mais elle n'est plus exacte pour des dissolutions contenant des dérivés de glucose, et cette erreur, répandue à peu près dans tous les laboratoires de l'industrie du sucre, est cause, comme nous l'établirons, que le raffineur altère beaucoup de sucre dans ses travaux sans s'en douter, parce que les moyens employés pour l'analyse de ses produits sont défectueux, du chef des dérivés du glucose.

Il est donc indispensable, lorsqu'on veut doser les dérivés de glucose, de renoncer aux moyens de décoloration généralement employés; s'il reste quelque incertitude sur les nombres obtenus par l'essai direct par la méthode cuprique, il faut avoir recours aux méthodes complémentaires qui ont été précédemment décrites, telles que la pesée de l'oxyde de cuivre, sa réduction par l'hydrogène, son dosage après redissolution par des liqueurs titrées ou tout autre moyen.

Quant à la deuxième partie de l'analyse, c'est-à-dire au dosage du glucose à l'état de sucre par la méthode alcaline à l'aide du sucrate de chaux, il n'est pas nécessaire de décolorer la dissolution, et le titre obtenu représente bien le glucose à l'état de sucre. On peut même dire que c'est là un moyen certain et rapide de reconnaître si le titre cuprique trouvé correspond bien à la quantité de glucose réel existant dans la dissolution.

Il est un autre moyen tout aussi précis, mais plus long,

(1) Possoz, Note sur l'action du sous-acétate de plomb dans les analyses de sucre contenant du glucose, *Journal des fabricants de sucre*, du 23 avril 1874.

de doser les dérivés du glucose contenus dans une dissolution sucrée : ce moyen est la fermentation alcoolique.

Un liquide sucré contenant ou supposé contenir des dérivés de glucose étendu d'eau, de manière à renfermer 100 grammes de sucre par litre, mis en fermentation avec 8 à 10 grammes de levure de bière et maintenu à la température de 20 à 30 degrés centigrades, entre rapidement en fermentation, et après quelques jours tout le sucre a disparu en se transformant en alcool; les dérivés du glucose, s'il en existait dans la dissolution sucrée, se retrouvent dans le liquide fermenté, où ils peuvent être dosés par la méthode cuprique, comme il a été indiqué ci-dessus.

Lorsqu'il existe des dérivés de glucose dans une dissolution sucrée, ils sont généralement en combinaison avec la chaux; lorsqu'ils s'y trouvent en certaine quantité, ils troublent les résultats de l'analyse cuprique et deviennent une cause d'erreur; le précipité d'oxydule de cuivre change de couleur : au lieu du rouge vif, il devient terne, d'un jaune pâle, se sépare difficilement de la dissolution, et devient plus abondant par le refroidissement.

Si les dérivés de glucose sont en suffisante quantité, il se précipite en même temps que l'oxydule de cuivre, un sel de chaux insoluble, du carbonate de chaux, et même de la chaux vive. Pour obvier à cet inconvénient, on doit, avant l'essai, débarrasser la dissolution sucrée de la chaux qu'elle contient, en la précipitant à l'état insoluble par l'oxalate de potasse.

La dissolution ainsi traitée est filtrée, et le liquide est ensuite soumis à la méthode cuprique, qui donne un précipité d'oxydule de cuivre très pur avec tous les caractères qui rendent le dosage plus facile.

En suivant ces prescriptions, le dosage des dérivés du glucose se fait aussi facilement que le dosage du glucose lui-même.

VI.

DES DIVERS PROCÉDÉS, AUTRES QUE LA MÉTHODE ALCALINO-CUPRIQUE PROPOSÉS POUR LE DOSAGE DU GLUCOSE, FONDÉS SUR SON ACTION RÉDUCTRICE.

Plusieurs chimistes ont cherché dans des réactions analogues à celle du glucose sur la liqueur alcalino-cuprique des moyens de dosage du glucose, plus parfaits que la méthode désignée sous le nom de méthode cuprique qui vient d'être étudiée.

1° En janvier 1872 (1), M. Jean a publié un procédé de dosage de glucose dans les dissolutions sucrées, dans lequel il a cherché à utiliser l'action réciproque des protosels de cuivre et des sels d'argent, découverte par MM. Millon et Commaille, pour le dosage du glucose.

1 décigramme de sucre transformé en glucose a été ajouté à une solution de tartrate double de potasse et de cuivre, et le mélange contenu dans un petit ballon de verre a été porté à l'ébullition. Il s'est formé un précipité de protoxyde de cuivre qui a été dissous dans l'acide chlorhydrique; la solution, rendue ensuite fortement ammoniacale, a été versée dans un vase contenant du nitrate d'argent dissous dans l'ammoniaque; il s'est immédiatement formé un précipité d'argent métallique qui, lavé et séché, pesait 0,314. Dans trois essais, M. Jean a obtenu 0,316—0,314—0,315. La théorie indique 0,315. Le procédé peut donc servir de moyen de dosage.

1 équivalent de glucose correspond à 5 équivalents d'argent métallique, ou 100 de glucose à 300 d'argent, et encore 100 de sucre de canne à 316 d'argent.

2° En juin 1872 (2), M. Gentele propose de doser le glucose avec une liqueur titrée de ferricyanure de potassium (prussiate rouge); mais ce moyen, fondé sur la transformation du prussiate rouge en prussiate jaune, sous

(2) Jean, *Journal des fabricants de sucre*, du 11 janvier 1872.
(2) Gentele, *Journal des fabricants de sucre*, du 13 juin 1872.

l'influence du glucose, ne pouvait être utilisé avec des liquides sucrés colorés, comme une dissolution de mélasse, par la difficulté de distinguer la nuance ; on a eu recours au moyen suivant qui le rend très sensible :

On met sur une assiette suiffée, à la manière de Joulie, quelques gouttes de sous-acétate de plomb et l'on touche avec un tube de verre qui a été plongé dans la dissolution soumise à l'essai ; tant qu'il n'existe pas de ferricyanure dans la dissolution, c'est-à-dire tant que la quantité n'a pas été assez grande pour décomposer tout le glucose, la goutte de sous-acétate de plomb donne un précipité blanc ; mais aussitôt que tout le glucose a été décomposé et qu'une seule goutte de dissolution de ferricyanure de potassium se trouve libre, la goutte de sous-acétate de plomb forme un précipité jaune caractéristique de ferricyanure de plomb.

3° Octobre 1872 (1). — M. Knapp met à profit la propriété que possède le sucre de raisin, de réduire à l'état de mercure métallique une solution alcaline de cyanure de mercure.

400 milligrammes de cyanure de mercure peuvent être réduits par 100 milligrammes de sucre de raisin anhydre, en portant le mélange des deux dissolutions à l'ébullition en présence d'un alcali caustique, potasse ou soude.

On reconnaît qu'il existe un excès de cyanure de mercure en touchant, à l'aide de la dissolution soumise à l'essai, un papier à filtrer, imprégné de sulfure d'ammonium. Plus tard, ce procédé fut modifié de la manière suivante (2) :

La liqueur sucrée est versée à l'aide d'une burette dans un volume connu de la solution mercurielle portée à l'ébullition ; on s'assure qu'il n'existe plus de mercure par la méthode suivante :

On fait une liqueur de protochlorure d'étain qu'on sature par la potasse en excès. L'oxyde d'étain se redissout,

(1) Knapp, *Journal des fabricants de sucre*, du 24 octobre 1872.
(2) Knapp, *Chemisches Centralblat*, tome VII, p. 120.

en même temps il se forme une poudre noire qu'on sépare du liquide par filtration;

Cette solution alcaline d'oxyde d'étain est très sensible aux sels de mercure, et noircit avec une goutte d'une liqueur contenant 1 à 2 milligrammes de mercure dans 100 cent. cubes;

On dépose sur une plaque de porcelaine quelques gouttes de la liqueur d'étain, puis, à l'aide d'une baguette de verre, on prend une trace de la solution mercurielle qu'on met en contact avec une des gouttes du sel d'étain;

On continue l'addition du glucose jusqu'à ce que l'essai ne donne plus de coloration.

M. R. Sacchse a modifié ce procédé de la manière suivante (1) :

On prépare une liqueur avec :

Iodure rouge de mercure.	18 grammes.
Iodure de potassium.	25 —
Potasse caustique.	80 —
Eau distillée	1 litre.

40 cent. cubes de cette solution correspondent à

$$HgI^2 = 0^{gr},72,$$

et à glucose, $0^{gr},150$.

soit le rapport de $\frac{2\ HgI^2.}{C^6 H^6 O^6.}$

Le sucre interverti réagit de même sur le sel de mercure : 40 cent. cubes de la liqueur ci-dessus ne correspondent qu'à $0^{gr},1072$ de sucre interverti.

Ce procédé permet donc de doser séparément dans une liqueur le glucose et le sucre interverti.

Pour cela on dose les deux sucres par les liqueurs cuivriques. Dans ces conditions, le glucose et le sucre interverti réduisent le même volume de liqueur cuivrique.

On opère ensuite le dosage avec la solution mercurielle.

(1) *Bulletin de la Société chimique*, p. 326, n° du 5 avril 1877.

Le volume du liquide réduit est différent, et par le calcul on arrive facilement à connaître le poids des deux sucres.

Exemple. — Soit une solution de glucose et de sucre interverti.

1er essai.— 10 cent. cubes correspondent à 20 cent. cubes liqueur bleue cuivrique, ou à 0,10 de ***sucre réducteur.***

2e essai. — 10 cent. cubes correspondent à 29cc,8 de solution mercurielle. Or, 29,8 de solution mercurielle correspondraient à 0,11183 de glucose, tandis qu'on n'a trouvé que 0,10 par la liqueur cuivrique :

$$\text{Différence} = 0{,}11183 - 0{,}100 = 0{,}01183.$$

Or, on sait qu'une différence dans les deux titres de 0gr,0429 correspond à 0,1072 de sucre interverti.

Or, $$\frac{0{,}0429}{0{,}1072} = \frac{0{,}0183}{x} = 0^{gr},0295$$

Dans le mélange des deux sucres il y aurait donc :

En sucre interverti.	0,0295
En glucose.	0,0705

Les procédés au mercure ne sont applicables que dans le cas de liqueurs qui ne contiennent pas de sucre cristallisable. Une solution de sucre pur réduit facilement l'iodure de mercure alcalin, après quelques minutes d'ébullition.

Si le procédé qui vient d'être décrit est exact, il peut fournir un moyen de déterminer la composition du sucre interverti lui-même ; il est composé, comme on sait, de deux sucres : l'un dextrogyre, cristallisable, tout à fait analogue au sucre de raisin, au glucose ordinaire ; l'autre lévogyre, qui est le lévulose incristallisable.

Si les faits cités ci-dessus sont exacts, ces deux sucres, à l'état de pureté, doivent avoir un pouvoir réducteur différent sur les sels de mercure et en déterminant le pouvoir réducteur de chacun d'eux on doit avoir tous les éléments pour déterminer les quantités de glucose et de lévulose qui constituent le sucre interverti.

Ce procédé appliqué au dosage des sucres réducteurs contenus dans les différents végétaux, tiges, fruits, etc., pourrait permettre de pénétrer un peu plus profondément qu'on ne l'a fait jusqu'à présent dans la composition intime des matières sucrées. A ce titre, il mérite d'être soumis à un nouvel examen.

4° M. Riffard fonde un procédé de dosage du sucre cristallisable sur cette propriété que possède une dissolution de sucre, de dissoudre une quantité déterminée de peroxyde de fer (1).

Ce procédé est basé sur la réaction suivante : si l'on prend une dissolution de sucre cristallisable et que l'on y ajoute une quantité déterminée de perchlorure acide de fer et que l'on sature par l'ammoniaque en excès, on remarque que, lorsque le liquide n'est plus acide, il se forme un précipité ; si le sucre est en excès, ce précipité se redissout en donnant à la dissolution une belle couleur rouge, due à une combinaison de sucre et de peroxyde de fer et d'ammoniaque ; pourvu que la dissolution ne contienne pas de bases alcalines ou terreuses libres ou carbonatées.

100 milligrammes de fer métallique, à l'état de perchlorure de fer cristallisé, exigent 2gr,587 de sucre pour se dissoudre.

L'action du sucre interverti est plus forte que celle du sucre incristallisable, il suffit de 0gr,357 de sucre cristallisable interverti pour dissoudre les 100 milligrammes de fer.

Dans l'analyse des sucres bruts, pour éviter des causes d'erreur résultant de la présence du glucose, il faut les traiter par l'alcool à 98 degrés pour enlever le glucose et faire l'essai sur le résidu de ce traitement.

5° *Procédé Maumené pour déceler de très petites quantités de sucre cristallisable.*

M. Maumené a fait connaître un réactif qui peut dé-

(1) Riffard, *Journal des fabricants de sucre*, octobre 1873.

celer la présence d'une très petite quantité de sucre dans un liquide, en opérant de la manière suivante :

On trempe une bande de tissu de laine, par exemple de mérinos blanc, dans une dissolution de bichlorure d'étain, préparée avec 100 grammes de bichlorure et 200 grammes d'eau; on laisse égoutter et sécher.

Ce tissu ainsi préparé, touché ou plongé dans une dissolution contenant même des traces de sucre, noircit lorsqu'il est chauffé de 130 à 150 degrés.

Mais les matières analogues au sucre, fécule, amidon ligneux, produisent le même effet (1).

Ce réactif n'a donc qu'une valeur très limitée.

VII.

NOUVEAU PROCÉDÉ DE SACCHARIMÉTRIE, PAR M. CHANCEL, BASÉ SUR LA CONTRACTION DES SOLUTIONS DE SUCRE DE CANNE AU MOMENT DE L'INVERSION (2).

M. Chancel, ayant constaté que toutes les fois que l'on intervertit le sucre de canne par l'un des moyens connus, la solution diminuait très sensiblement de volume, a cherché à mesurer la contraction qui répondait à une quantité connue de ce sucre.

L'expérience démontre que la contraction observée augmente avec la richesse de la solution, mais elle ne varie pas proportionnellement aux quantités de sucre qu'elle contient.

M. Chancel a dressé une table de contraction des dissolutions sucrées contenant de 1 à 25 p. 100 de sucre, dans laquelle la contraction produite par l'interversion a été mesurée pour chaque portion de 1 p. 100.

Une dissolution contenant 25 p. 100 de sucre éprouve une contraction pour 100,000 cent. cubes, de 538 cent. cubes.

(1) Maumené, *Comptes rendus des séances de l'Académie des sciences* tome XXXII, p. 500, année 1851.

(2) Chancel, *Comptes rendus des séances de l'Académie des sciences* tome LXXIV, p. 376, année 1872.

« Ces nombres montrent », dit M. Chancel, « que la « diminution de volume qu'éprouve une dissolution de « sucre de canne par le fait de l'inversion est considé- « rable, et qu'elle est, par conséquent, susceptible d'être « déterminée avec exactitude. Dès lors, la mesure de la « contraction peut servir à doser la quantité de sucre de « canne que contient une solution proposée. J'ai fondé « sur ce principe une nouvelle méthode de saccharimé- « trie; elle m'a donné des résultats satisfaisants, com- « parables, quant à la précision, à ceux que l'on obtient « par la polarisation rotatoire. Si, comme je l'espère, je « parviens à modifier l'appareil de façon à le rendre plus « pratique, ce mode de détermination pourra être em- « ployé avec avantage dans nombre de cas où les pro- « cédés actuels ne seront pas applicables, ou d'un usage « difficile. »

VIII.

PROCÉDÉ DUBRUNFAUT POUR LE DOSAGE ET LA SÉPARATION DU LEVULOSE DE TOUS LES LIQUIDES SUCRÉS QUI EN CONTIENNENT.

Nous donnons le procédé de Dubrunfaut pour la séparation et le dosage du lévulose tel qu'il l'a décrit.

Méthode de séparation du lévulose du sucre interverti, etc. (1).

Note du 27 décembre 1869.

« En faisant connaître la composition du sucre interverti en glucoses dextrogyre et lévogyre (lévulose), nous avons indiqué brièvement diverses méthodes pour vérifier notre analyse et pour effectuer expérimentalement la séparation des deux glucoses. L'une de ces méthodes, reproduite incidemment dans une note qui a paru dans les *Comptes rendus* (t. XLII, p. 901), est fondée sur la propriété re-

(1) Dubrunfaut, *Le Sucre*, tome II, p. 397, 1878.

marquable que possède la chaux de former à froid, avec le lévulose, un composé cristallin insoluble, qu'on peut séparer avec facilité d'une eau mère qui retient en dissolution le glucose dextrogyre, en combinaison calcique soluble.

Cette expérience, bien démonstrative de la constitution du sucre interverti, a été généralement admise, et elle est devenue une expérience de cours dans l'enseignement de la Faculté des sciences de Paris. Malgré ces autorités et malgré les vérifications faites par MM. Pelouze, Mitscherlich, Magnus, Stas, Melsens, etc., notre expérience a été récemment, dans les *Comptes rendus*, l'objet d'une critique tendant à la signaler comme une erreur. Nous croyons donc devoir la décrire avec quelques détails.

Si l'on place dans un verre à expériences 1 décilitre de sirop contenant 10 grammes de sucre préalablement interverti par les moyens connus, et qu'on y ajoute à froid, c'est-à-dire à la température la plus basse possible, 6 grammes de chaux hydratée en poudre impalpable, en ayant soin de l'agiter rapidement, il se produit d'abord une émulsion laiteuse, avec une légère élévation de température qu'on peut et qu'on doit même combattre à l'aide d'un bain réfrigérant amené autant que possible à la température de la glace fondante (1). L'agitation favorise la dissolution de la chaux, et à cette réaction succède immédiatement la réaction caractéristique, objet de l'expérience. Le liquide laiteux se prend en masse cristalline, d'une consistance telle que le verre dans lequel se fait l'opération peut être renversé sans qu'il en sorte rien.

Le magma cristallin produit doit être placé sans retard dans un linge à tissu serré et soumis à la presse; on le scinde ainsi en deux parties : l'une solide, qui reste dans le nouet, et l'autre fluide, qui sort limpide à travers le

(1) Cette expérience réussit également bien à la température de + 15 à + 20 degrés sans intervention de réfrigérant, mais les résultats sont plus parfaits avec les précautions que nous indiquons ici.

tissu. En examinant ces deux produits séparément, c'est-à-dire en leur enlevant la chaux à l'aide d'un acide quelconque, mais mieux avec les acides oxalique, sulfurique ou carbonique, qui donnent des sels de chaux insolubles, on obtient les deux sucres isolés, avec une perfection qui suffit à la constatation de toutes leurs propriétés caractéristiques.

Voici une vérification simple des résultats de l'expérience que nous venons de décrire, faite avec le concours des nombres fournis par le saccharimètre usuel de Soleil, dont la graduation, on le sait, exprime des rotations égales à des centièmes de millimètre de cristal de roche perpendiculaire à l'axe optique.

10 grammes de sucre raffiné ordinaire dissous dans $0^l,1$ donnent, sous une couche de $0^m,2$, une rotation de 60 à 61° à droite. Cette solution intervertie donne 21 à 22° de rotation à gauche, à la température de + 14 degrés.

L'eau mère de notre expérience, traitée par l'acide carbonique, donne à l'observation optique une déviation de 16° à droite à + 14° de température, qui devient 18° à + 52 degrés. La différence de ces deux observations est due au lévulosate de chaux, qui est un peu soluble dans le glucosate dextrogyre.

Le lévulosate resté dans le nouet, délayé dans $0^l,1$ d'eau, c'est-à-dire ramené au volume du liquide primitif, puis décomposé à froid par l'acide carbonique, donne une solution sucrée qui, à l'observation optique, a un pouvoir rotatoire de 44 à 45° à gauche à + 14° de température, et de 33 à 34° à gauche à + 52 degrés. Le sucre contenu dans cette dernière solution est donc du lévulose sensiblement pur, et la quantité accusée plus la proportion minime qui reste dans l'eau mère, correspondent à la composition que nous avons assignée au sucre interverti. Cette analyse, quant à la séparation du lévulose, offre donc une perfection dont l'analyse immédiate organique offre peu d'exemples. Cela tient à la presque insolubilité du lévulosate calcique qui se forme dans ces conditions.

Ce lévulosate est parfaitement cristallisé en petits prismes aiguillés qui sont doués de la double réfraction. Ils ne sont solubles dans l'eau pure que pour une proportion moindre de 3 millièmes. Ils sont fort altérables dans l'eau à la température de + 40 à + 50°, et plus encore à 100 degrés. Cependant on peut les conserver pendant plusieurs heures à zéro sans altération sensible. Ces faits, du reste, sont analogues à ceux qu'a si bien décrits M. Péligot pour le glucose dextrogyre.

Dans une expérience faite comme celle que nous venons de décrire, et conduite aussi rapidement que possible, la transformation connue des glucoses sous l'influence de la chaux est très faible, car l'hydrotimètre si précis de MM. Boudet et Boutron n'accuse, dans les sirops, que des traces de chaux après le traitement carbonique complet, suivi d'un chauffage à l'ébullition.

Avons-nous besoin de dire, après ces explications, que notre expérience ne peut être faite d'une manière quelconque et sans les précautions qu'imposent les faits connus sur l'altérabilité des glucoses sous l'influence de la chaleur et des alcalis ?

Notre méthode de séparation du lévulose par la chaux est tellement exacte et précise, qu'elle pourrait s'appliquer utilement à la recherche du lévulose dans les liquides qui en contiendraient moins d'un centième.

Cette méthode est utilement applicable à l'analyse de tous les fruits sucrés et de tous les produits qui contiennent du lévulose, comme les miels, les mélasses de cannes, etc. La grande importance que présente le lévulose, considéré comme produit alimentaire industriel et agricole, donnerait un grand intérêt aux procédés qui permettraient de pratiquer industriellement l'analyse que nous avons pu effectuer dans le laboratoire. En effet, nos expériences assignent au glucose une propriété édulcorante supérieure à celle du sucre de canne, tandis que celle du glucose dextrogyre lui est, par suite, de beaucoup inférieure. »

CHAPITRE II.

Examen historique et critique des procédés d'analyse ayant pour but la détermination et le dosage, dans les matières sucrées, des matières étrangères au sucre sans distinction de leur nature chimique, — désignées en Allemagne sous le nom de nichtzucker (non sucré) et de leur influence sur les progrès réalisés dans la fabrication et le raffinage des sucres de betteraves et de cannes.

La détermination de la quantité de matières étrangères qui accompagnent le sucre dans les matières sucrées (saccharifères) n'a pas paru nécessaire tout le temps que le sucre a été exclusivement fabriqué au moyen de la canne à sucre. En effet, le sucre, dans la canne, se trouve allié à une si petite quantité de matières étrangères au sucre, que l'on a pu et que l'on peut encore négliger ce moyen de renseignement et d'investigation.

Mais il n'en n'est pas de même pour la betterave; cette racine contient une si grande quantité de ces matières étrangères par rapport au sucre, qu'il est de l'intérêt de l'industrie de chercher les moyens de les doser et de les éliminer.

Les difficultés que présente leur élimination et les inconvénients que donne leur présence dans l'extraction du sucre et dans sa pureté, ont amené naturellement à rechercher les moyens d'en déterminer la quantité dans la fabrication et le raffinage des sucres, non seulement dans la matière première de chacune de ces industries, betteraves et sucre brut, mais encore dans les différents produits en cours de fabrication, contenant du sucre.

Cependant, dans les premiers temps de la fabrication du sucre de betterave, on n'a porté particulièrement l'attention que sur l'opération de la défécation par laquelle on croyait éliminer la plus grande partie des matières étrangères. Ainsi, dans l'ouvrage de Dubrunfaut, l'*Art de fabriquer le sucre de betterave*, publié en 1825,

il n'est pas question de matières étrangères pouvant nuire à la qualité des sirops (1).

En 1829, M. Clémandot, dans son ***Essai de chimie et observations pratiques sur la fabrication du sucre de betterave***, résume de la manière suivante la composition des écumes et du jus déféqué par le procédé d'Achard, et par l'acide sulfurique et la chaux, qui étaient encore employés alors :

« Les écumes sont formées d'albumine végétale, de
« l'albumine du sang qu'on a ajouté pour la clarification,
« de matière colorante, de ferment rendu insoluble par
« l'acide sulfurique, de quelques autres sels insolubles;
« le fond ou le dépôt est composé de la même manière
« que les écumes.

« On trouve dans le jus une grande quantité d'eau,
« du sucre cristallisable, du sucre incristallisable, du
« sulfate d'ammoniaque, *quelques sels peu abondants*
« *qui n'influent en rien dans la fabrication du sucre*,
« et tout le sulfate de chaux que l'acide sulfurique a pu
« former (2). »

Les mots soulignés indiquent bien l'état des connaissances acquises sur la quantité de matières étrangères contenues dans les jus et sirops de betterave après la défécation, et sur leur influence dans l'extraction du sucre à cette époque de 1829.

En 1830, Dubrunfaut publia une note sur l'examen de la richesse saccharine des divers sirops des raffineries à l'aide de l'aréomètre; il y fait connaître un procédé de dosage des matières étrangères au sucre contenues dans les sirops de raffinerie.

Ce procédé est le premier qui ait été indiqué, et c'est encore celui qui existe aujourd'hui pour doser les quantités de matières étrangères contenues dans les liquides sucrés, considérées dans leur ensemble et leur totalité. C'est ce procédé qui sert de point de départ et de base à

(1) Dubrunfaut, *Art de fabriquer le sucre de betterave*, 1825.
(2) Clémandot, *Essai de chimie*, p. 32, 1829.

la détermination du rapport du sucre au non-sucre, sous le nom que lui ont donné les chimistes allemands de *quotient* de pureté, encore généralement admis dans le travail des sucres dans tous les pays de production de sucre de betteraves.

Je vais faire connaître dans le paragraphe suivant, par des citations textuelles, les différentes notes que Dubrunfaut a publiées, de 1830 à 1832, sur ce procédé et ses applications à l'analyse des matières sucrées, en sucrerie et en raffinerie.

Ce procédé a subi, pour arriver jusqu'aujourd'hui, différentes modifications qui seront également successivement examinées.

§ 8.

PROCÉDÉ DE DOSAGE DES MATIÈRES ÉTRANGÈRES (NON SUCRE) CONTENUES DANS LES LIQUIDES SUCRÉS.

PREMIÈRE PARTIE.

La première note de Dubrunfaut, sur ce procédé de dosage des matières étrangères dans les liquides sucrés, a pour titre :

« ***Examen de la richesse saccharine des divers sirops de*** « ***raffinerie à l'aide de l'aréomètre de Baumé*** (1).

« Un principe, généralement admis par les chimistes et « qu'aucune expérience ne contredit jusqu'à présent, éta- « blit que la capacité de saturation de l'eau pour les sels « est constante pour une même température, et que la sa- « turation de l'eau pour un sel ne change point de capa- « cité de saturation pour un autre sel ; ce principe est « sans doute applicable à tous les corps solubles, pourvu « toutefois qu'il n'y ait point entre ces corps d'actions « chimiques qui modifient leur solubilité. L'application de « ce principe à l'examen des sirops conduit à des con- « séquences qui sont d'une grande importance pour les

(1) Dubrunfaut, *L'Agriculteur manufacturier*, tome 1er, p. 76, 1830.

« travaux des sucres en général, et c'est ce que nous allons « tenter de faire, quoique nous ne soyons pas préparé à « présenter un travail complet sur cette question.

« Si l'on plonge un aréomètre Baumé dans un sirop « formé d'une partie d'eau et de deux parties de sucre « pur, il s'enfoncera, à la température de 15° centigrades, « jusqu'au chiffre de 36° qui correspond à une densité de « 1324 ; ce sirop est saturé de sucre pur pour la tempéra- « ture de 15°, et il ne pourra en dissoudre davantage qu'à « l'aide du calorique. Si l'on fait cette expérience, on re- « remarquera que le sirop pourra dissoudre une quantité « de sucre égale à peu près à une fois et demie celle qu'il « contenait. Je suppose que la dissolution se sera faite ici « sans perte d'eau et que la saturation aura été arrêtée à « la température de 111°1/4 centigrades, température « qui conviendrait à celle de la cuite du sucre pur. Si l'on « abandonne ensuite ce sirop à un refroidissement spon- « tané, il cristallisera, et quand la cristallisation sera com- « plète, si l'on sépare le sucre cristallisé de l'eau mère, « on trouvera que celle-ci représente le volume du sirop « formé à 15°, de deux parties de sucre et d'une partie « d'eau et que le sucre cristallisé est la partie et demie de « sucre ajoutée à chaud.

« L'on voit qu'il faudrait conclure rigoureusement de « cette expérience qu'une partie d'eau dissout, à 15° « centigrades, deux parties de sucre, qu'elle peut en dis- « soudre 5 parties à 111° 1/4, et que par le refroidisse- « ment elle rend, dans ce dernier cas, une quantité de « sucre égale à la différence de saturation à 15° et à « 111°1/4.

« L'on remarquera de suite l'analogie qui existe entre « cette expérience et la cuite des sucres ; dans ce dernier « cas, on arrive à avoir une solution de sucre saturée à « chaud en éliminant l'eau par vaporisation et la cristal- « lisation a lieu par refroidissement en vertu de la moindre « solubilité du sucre dans l'eau à froid.

« L'on doit considérer les sirops qui écoulent des sucres « dans les divers travaux du raffinage comme étant sa-

« turés de sucre pur, c'est-à-dire que, pour une même « proportion d'eau, ils contiennent un même poids de « sucre pur. Si l'on examine la densité de ces sirops « avec l'aréomètre, on observe les résultats suivants à la « température de 15° centigrades :

	Degré Baumé.		Densité correspondante.
Sirops couverts de 4 cassons.......	37°,3	=	1340
Sirops couverts de lumps.........	38°,5	=	1355
Sirops verts de 4 cassons.........	39°	=	1361
Sirops verts de lumps............	41°,2	=	1389
Mélasse	43°,3	=	1417

« L'examen de ce tableau démontrerait, si on ne le sa- « vait déjà, qu'il y a dans ces sirops quelque chose d'autre « que du sucre cristallisable, et que la quantité de cette « autre chose va en croissant dans les sirops dans l'ordre « établi par l'expérience du raffineur.

« La *matière étrangère au sucre* cristallisable pur est « essentiellement un mélange de *matière mucilagineuse*, « *de sucre liquide, et aussi, sans doute, de traces de sels* « *à base de potasse et de chaux.* Pour arriver à tirer « quelques conséquences de ces observations, nous de- « vons admettre les hypothèses suivantes, qui ne doivent « pas s'écarter beaucoup de la vérité :

« 1° Que la densité du sucre cristallisé pur est égale à « 1580, et qu'il n'y a point de changement de volume « dans la solution dans l'eau ;

« 2° Que la densité du mucilage et du sucre liquide est « sensiblement égale à celle du sucre pur, c'est-à-dire « 1580 ;

« 3° Que, conformément au principe énoncé ci-dessus « pour les solutions salines, la capacité de saturation de « l'eau pour le sucre cristallisable n'est point changée « par la présence du mucilage et du sucre liquide.

« Avec ces hypothèses, on peut déduire par le calcul « la composition des divers sirops de raffinage, ci-dessus « nommés, de leur densité.

Composition et valeur relative des différents sirops de raffinerie.

COMPOSITION DE 100 KILOG. DE SIROPS					
	COUVERTS de 4 cassons.	COUVERTS de Lumps.	VERTS de 4 cassons.	VERTS de Lumps.	MÉLASSE.
Eau...............	30,9	28,6	27,7	23,7	19,82
Sucre cristallisable...	61,8	57,2	55,5	47·5	39,66
Mucilage et sucre liquide............	7,3	14,2	16,8	28,8	40,52

« La première ligne horizontale de ce tableau donne le « rapport de l'eau contenue dans ces différents sirops ; la « 2e ligne donne le rapport de sucre cristallisable ; la 3e « donne le rapport des matières étrangères au sucre que « nous appellerons désormais, pour abréger : *mucilage.*

« Il résulte de ce tableau que la proportion de muci- « lage varie dans ces divers sirops de 7 à 40 p. 100 ; « tandis que le sucre ne varie que de 39 à 61 p. 100.

« Ainsi, l'on voit que la mélasse, dont on ne peut plus « tirer de sucre, ne diffère du meilleur sirop de raffinage, « celui des 4 cassons, que parce qu'elle contient un tiers « moins d'eau et de sucre cristallisable, et six fois environ « plus de mucilage.

« Maintenant on voit que l'on peut déjà utiliser ces don- « nées pour apprécier les qualités des sirops dans le raf- « finage, et, par conséquent, pour en régler l'emploi d'une « manière moins machinale qu'on le fait habituellement. « Ainsi, si l'expérience avait démontré qu'un sirop vert « de 4 cassons à 39°, et un sirop couvert des même pains « 37°, sont indispensables pour donner un lumps passable, « on pourrait régler ce travail avec cette donnée ; tou- « jours est-il vrai qu'on peut, à l'aide de l'aréomètre, ap- « précier d'une manière suffisamment approximative la

« valeur des sirops, au moins pour ce qui a rapport à la « richesse en sucre cristallisable.

« Cette règle est susceptible d'exception pour les sirops « couverts qui sont le plus souvent sursaturés, mais qui ne « tardent pas à reprendre leur état de saturation en pré- « cipitant du sucre. Elle est susceptible encore d'excep- « tion pour les sirops qui ont fermenté, comme cela arrive « souvent ; mais nous reviendrons sur ces difficultés dans « un autre article.

« L'on peut déjà pressentir toute l'importance de ce « mode d'investigation, appliqué dans toutes ces res- « sources à l'examen des richesses des sucres, des jus de « betterave, etc., sur lequel nous reviendrons. »

Dubrunfaut ne tarda pas à appliquer sa nouvelle méthode d'examen de la valeur des liquides sucrés à la détermination de la valeur relative de la betterave, dans un article publié quelques mois plus tard (1).

« L'expérience démontre que les substances plus denses « que l'eau qui influent d'une manière bien sensible sur « la densité du jus de betterave, sont le sucre cristalli- « sable et le mucilage mélangé, peut-être souvent avec « ce que nous appelons le sucre liquide, et c'est avec le « rapport de ces substances que varie la qualité des ra- « cines.

« La densité du jus de betterave varie généralement « de 5° à 10° Baumé, et rarement on en trouve au-des- « sous de 5° et au-dessus de 10 degrés. Si le sucre cristal- « lisable seul lui donnait ces densités, la richesse en « sucre, entre ces deux limites, serait accusée par la table « ci-après, au moins d'une manière très approximative :

100 kil. de jus à	5°	contiendraient	8k,5	de sucre ;
—	6°	—	10	—
—	7°	—	12	—
—	8°	—	13,5	—
—	9°	—	15	—
—	10°	—	17	—

(1) *Agriculteur manufacturier*, tome 1er, p. 170, 1830.

« Ainsi l'on voit que, dans cette hypothèse, le jus de « betterave contiendrait, depuis 8k,5, jusqu'à 17 p. 100 « de sucre cristallisable, ce qui n'est point vrai, même « dans les circonstances les plus favorables.

« En effet, la défécation, dans les circonstances ordi- « naires, réduit de 1° à 1° 1/2 la densité du jus, et cela « en éliminant des matériaux étrangers au sucre et au « mucilage. Cette circonstance réduirait déjà de 2 à « 3 p. 100 la quantité de sucre calculée dans l'hypothèse « admise ci-dessus, c'est-à-dire de 5 à 14.

« D'une autre part, si l'on consulte l'expérience, l'on « reconnaîtra que telle betterave, mauvaise à la vérité, « ne contient pas moins de 1 partie de mucilage pour « 2 parties de sucre, ce qui réduirait de 3,7 à 10,3 la « proportion de sucre existant dans les racines.

« L'expérience et l'observation des sirops dans les ate- « liers démontrent encore que la quantité de sucre cris- « tallisable perdue dans les mélasses varie avec la quan- « tité de mucilage qui préexiste dans le jus ou qui s'y « trouve développé par le travail. Cette quantité perdue « est sensiblement égale au mucilage. Ainsi, cette perte « réduit de 1,9 à 3,7 la quantité de sucre qu'il est pos- « sible d'extraire de 100 kilog. de jus pesant 5° à 10° à « l'aréomètre Baumé. Si l'on applique maintenant ces « chiffres au poids des racines, en supposant que le jus « à 5° soit produit à raison de 75 p. 100, et le jus à 10° « à raison de 65 p. 100, on trouvera que le rendement « de ces racines pesées à la râpe, est de 1,4 à 2,4 p. 100.

. . . .

« (Page 174.) Les mélasses d'égout des sucres peuvent « être considérées comme étant formées d'eau saturée de « sucre cristallisable et de mucilage qui préexistait dans « le jus ; si ce sirop ne contenait que du sucre pur, il ne « pèserait à l'aréomètre que 36° ; par conséquent tout ce « qui excède cette densité est dû à la présence du muci- « lage ; on peut donc trouver, dans cette densité, l'éva- « luation du mucilage, et, par suite, l'indication de la « qualité des racines.

« Les racines de bonne qualité donnent une première « mélasse d'égout qui pèse 37° environ à l'aréomètre ; « cette densité s'élève, pour les mauvaises racines, jusqu'à « 44°, tandis que la densité d'une seconde mélasse « d'égout de recuit de la mélasse à 37° ne pèse guère « que 39 ou 40 degrés.

« J'ai lieu de croire qu'une mélasse qui pèse plus de « 43° n'est plus susceptible d'être recuite avec avantage.

« J'ai lieu de croire aussi que des betteraves qui don- « neraient un premier sirop d'égout à 42° n'offriraient « point une question économique avantageuse. Ce carac- « tère, au reste, est un des plus concluants pour l'appré- « ciation de la richesse des racines. »

Après avoir montré les ressources que peut offrir sa méthode de détermination de la pureté relative des liquides sucrés, et en avoir fait l'application aux divers sirops en cours de fabrication en sucrerie et en raffinerie, et au choix des betteraves elles-mêmes, Dubrunfaut établit les conditions dans lesquelles la même méthode peut être appliquée à la détermination de la valeur des sucres bruts du commerce.

APPLICATION DE LA MÊME MÉTHODE A LA DÉTERMINATION DE LA VALEUR RELATIVE DES SUCRES BRUTS DU COMMERCE (1).

« Les substances étrangères qui accompagnent toujours « la matière cristallisable dans les sucres sont l'eau et le « mucilage.

« Le degré de pureté ou la richesse des sucres est donc « suborbonné à son état de sécheresse et à la proportion « de mucilage qu'il renferme.

« Des sucres bruts de qualités différentes, traités « chacun par 1/4 de leur poids d'eau, et abandonnés à « eux-mêmes en les agitant de temps en temps jusqu'à « saturation de l'eau, donnent des sirops de densités dif- « férentes, et l'ordre des densités donne l'ordre des qua- « lités.

(1) Dubrunfaut, *Agriculteur manufacturier*, tome II, p. 241, 1830.

« Telles sont les expériences faites sur 200 grammes de « sucre avec 50 grammes d'eau. On a pesé le sirop après « 36 heures avec un aréomètre Baumé très sensible, et « en prenant les précautions indiquées précédemment.

Sucre brut,	belle 4°,	colonies,	36° 1/4 Baumé,	1327	densité.
Sucre brut,	ordinaire 4°,	id.	36° 1/2 id.	1330	id.
Sucre brut,	id.	4°, betteraves,	38° id.	1349	id.

« Ce mode d'expérimentation ne peut conduire à l'éva- « luation de la proportion du mucilage des sucres, parce « qu'en supposant même la solution du mucilage inter- « posé complète, après 36 heures, comme dans mon expé- « rience, on n'a point dissout tout le mucilage combiné. »

MÉTHODE DE CALCUL POUR DÉTERMINER LA COMPOSITION ET LA VALEUR RELATIVE DES LIQUIDES SUCRÉS, PAR LA NOUVELLE MÉTHODE D'ANALYSE DE DUBRUNFAUT.

Le journal de Dubrunfaut, *l'Agriculteur manufacturier*, était alors très répandu dans la fabrication et le raffinage des sucres; beaucoup de fabricants comprirent l'importance que pouvait avoir dans leurs travaux la nouvelle méthode de déterminer d'une manière aussi rapide la valeur relative des liquides sucrés, et réclamèrent de Dubrunfaut de nouveaux développements à la méthode de calcul qui lui avait servi de base pour établir la composition d'un liquide sucré, et qu'il n'avait fait connaître que sommairement.

« Les observations aréométriques », écrit Dubrunfaut (1), « que l'on fait dans les ateliers sur les sirops, « ont toujours lieu avec l'aréomètre Baumé (2), et « pour les calculs dont il est ici question, il faut connaître « la densité du sirop à examiner.

« Le densimètre, trop peu connu, de M. Collardeau, « remplit très bien cette fonction, puisque son chiffre

(1) Dubrunfaut, *Agriculteur manufacturier*, tome Ier, p. 178; 1830.
(2) Le densimètre de Gay-Lussac et de Collardeau n'était pas alors employé dans la fabrication du sucre.

« accuse immédiatement la densité des sirops, comparée « à celle de l'eau qui est prise égale à 100°.

« Ces chiffres expriment donc en même temps, en kilo-« grammes, le poids d'un hectolitre de sirop mis en expé-« rience. M. Francœur a publié, dans le *Dictionnaire* « *technologique*, une table qui donne les densités corres-« pondantes aux degrés de l'aréomètre Baumé.

« Nous donnons ci-joint cette table, qui sera utile aux « personnes qui ne possèdent pas d'aréomètres gradués « par densité.

Tableau des pesanteurs spécifiques des dissolutions sirupeuses, comparées aux degrés de l'aréomètre pèse-sirops de Baumé.

ÉCHELLE de Baumé.	PESANTEURS spécifiques.	ÉCHELLE de Baumé.	PESANTEURS spécifiques.	ÉCHELLE de Baumé.	PESANTEURS spécifiques.
deg.	gramm.	deg.	gramm.	deg.	gramm.
0	1000	18	1140	36	1324
1	1006	19	1148	37	1336
2	1013	20	1157	38	1349
3	1020	21	1167	39	1361
4	1028	22	1176	40	1374
5	1035	23	1186	41	1386
6	1042	24	1195	42	1400
7	1050	25	1205	43	1413
8	1058	26	1215	44	1427
9	1065	27	1225	45	1441
10	1073	28	1235	46	1456
11	1081	29	1246	47	1470
12	1090	30	1256	48	1485
13	1100	31	1267	49	1500
14	1106	32	1278	50	1515
15	1114	33	1289		
16	1125	34	1301		
17	1132	35	1312		

« Supposons que nous ayons maintenant à calculer la « composition d'un sirop pesant 39° Baumé. Cette der- « nière correspond dans notre table à 1331. Ce chiffre

« 1331 est en même temps l'expression du poids d'un « litre de ce sirop en grammes.

« Il faut d'abord rechercher la composition de ce sirop « comme s'il n'était formé que d'eau et de sucre pur, « dont nous avons admis la densité égale à 1580, appe- « lant X le nombre de décimètres cubes ou litres de sucre « pur contenu dans 100 litres de sirop examiné : la for- « mule suivante donne sa valeur :

$$X = (1361 - 1000) \times 100 = \frac{361,000}{580} = \begin{array}{l}62 \text{ décim. cubes} \\ \text{ou litres.}\end{array}$$

« Ce nombre conduit immédiatement à la composition de « 100 litres en poids et en volume. En effet, 100 — 62 « donnent 38 litres d'eau ; ces 38 litres pèsent 38 kilog., « qui, soustraits de 136 kilog. que pèsent les 100 litres, « donnent 98 kilog. pour poids de 62 décimètres cubes « de sucre. Ce poids est, en effet, conforme à celui qui « est fourni, en multipliant 62 par la densité du sucre 1580. « Mettons maintenant ces nombres en tableau :

« Composition en eau et en sucre pur de 100 litres de « sirops qui pèseraient 39° ou 1361 grammes.

	En poids.	En volume.
Sucre	98 kilog.	62 litres.
Eau	38 —	38 —
	136 kilog.	100 litres.

« Mais ce sirop ne peut être composé d'eau et de sucre « pur, puisque, s'il en était ainsi, sa densité n'eût été que « de 36° Baumé ou 1324. Tout ce qui excède ici cette « densité est due à des matières étrangères au sucre, et « ces matières sont un mélange de sucre liquide et de « mucilage que nous désignons sous le nom commun de « mucilage, et dont nous avons admis la densité égale à « celle du sucre pur, c'est-à-dire à 1580. Avec ces hypo- « thèses, qui ne s'éloignent certes pas beaucoup de la « vérité, nous pouvons maintenant conclure le poids du « sucre pur de notre sirop. En effet, ce sirop est saturé

« de sucre pur à froid, et nous savons qu'un sirop saturé « à froid est formé d'une partie d'eau sur deux de sucre. « Nous avons ici 38 kilog. d'eau qui retiennent, par con- « séquent, $38 \times 2 = 76$ kilog. de sucre; soustrayant « maintenant ce nombre 76 du nombre 98 trouvé ci- « dessus, nous avons 22 kilog. pour poids du mucilage et « du sucre liquide. Rétablissons notre tableau de com- « position d'après cette donnée.

		En poids.	En volume.
Sucre pur	76 kilog.	98	62
Mucilage et sucre liquide	22 —		
Eau		38	38
		136	100

« Pour arriver à ces résultats, pour toutes espèces de « sirops, on suivra la même marche, seulement on rempla- « cera dans la formule ci-dessus le nombre 1361 par la « densité du sirop qu'on examinera.

« A l'aide de simples proportions, on conclura facile- « ment la composition de 100 kil. de sirop en eau, sucre « et mucilage. »

Comme application de cette méthode d'analyse des dissolutions sucrées, M. Pascal, fabricant de sucre à Bourgoin (Isère), publia une table représentant la composition des sirops à différents degrés, tels qu'on les obtient dans la fabrication et le raffinage du sucre après divers cristallisations successives (1).

« Le tableau ci-joint donne les quantités de sucre, de « mucilage et d'eau que renferment en poids et en volume « des sirops de diverses densités. On comprend sous le « nom de mucilage cette matière même quelle qu'elle « soit, et le sucre liquide ou inscristallisable.

« Les trois colonnes en poids, additionnées pour chaque « densité, reproduisent cette même densité, qui n'est autre « que le poids d'un litre de sirop.

(1) *Agriculteur manufacturier*, tome II, p. 187, 1830.

« Les trois colonnes en volume donnent, additionnées,
« 100 litres en volume.

« Pour les densités intermédiaires, on prendra des par-
« ties aliquotes du résultat le plus voisin (1).

ARÉOMÈTRE de BAUMÉ.	DENSIMÈTRE.	EN POIDS.			EN VOLUMES.		
		Sucre.	Mucilag.	Eau.	Sucre.	Mucilag.	Eau.
deg.	deg.	gram.	gram.	gram.	lit.	lit.	lit.
36	1324	88,26		44,14	55,86		44,14
37	1336	84,14	7,39	42,07	53,26	4,67	42,07
38	1349	79,66	15,41	39,83	50,42	9,75	39,83
39	1361	75,52	22,82	37,76	47,80	14,44	37,76
40	1374	71,04	30,84	35,52	44,97	19,54	35,52
41	1386	66,90	38,25	33,45	42,35	24,20	33,45
42	1400	62,08	46,88	31,04	39,29	29,67	31,04
43	1413	57,60	54,90	28,80	36,46	34,74	28,80
44	1427	52,76	63,56	26,38	33,40	40,22	26,38
45	1441	47,94	72,19	23,97	30,35	45,68	23,97
46	1456	42,76	81,46	21,38	27,07	51,55	21,38
47	1470	37,94	90,09	18,97	24,02	57,01	18,97
48	1485	32,76	99,36	16,38	20,74	62,88	16,38
49	1500	27,60	108,60	13,80	17,47	68,73	13,80
50	1515	22,42	117,87	11,21	14,19	74,60	11,21

Dans le but de faciliter les calculs résultant de l'application de sa méthode aux liquides sucrés, compris entre le 1° de degré de Baumé jusqu'à 54°, correspondant à la densité du sucre pur, Dubrunfaut a donné, en 1831, le tableau suivant que nous reproduisons textuellement :

(1) *Agriculteur manufacturier*, tome IV, p. 96, 1831.

Tableau de la composition des dissolutions de sucre, correspondant aux divers degrés de pèse-sirop Baumé.

DEGRÉ ARÉOMÉTRIQUE.	DENSITÉ.	LITRES de dissolution sucrée contenant 100 litres ou 158 kilog. de sucre.	LITRES de sucre contenus dans 1000 litres de dissolution sucrée.	LITRES de dissolution sucrée contenant 100 kilog. de sucre.	KILOGRAMMES de sucre contenus dans 1000 litres de dissolution sucrée.
n	d	s	t	u	x
1	1007	8468	12	5360	18
2	1014	4205	24	2661	37
3	1021	2784	36	1762	56
4	1028	2073	48	1312	76
5	1035	1647	60	1042	96
6	1042	2373	73	863	116
7	1049	1160	86	734	136
8	1057	1008	99	638	156
9	1065	889	112	563	177
10	1073	795	125	503	198
11	1081	717	139	454	220
12	1089	952	153	413	242
13	1097	598	167	378	264
14	1105	551	181	349	286
15	1113	510	195	323	309
16	1122	475	210	300	332
17	1131	443	225	280	356
18	1140	416	240	262	380
19	1149	390	255	246	404
20	1158	368	271	232	429
21	1167	348	287	220	454
22	1176	330	303	209	479
23	1185	313	319	198	505
24	1195	297	336	188	531
25	1205	283	353	179	558
26	1215	270	370	171	585
27	1225	258	387	163	612
28	1235	247	405	156	640
29	1245	236	423	149	669
30	1256	226	441	143	698

DEGRÉ ARÉOMÉTRIQUE. n	DENSITÉ. d	LITRES de dissolution sucrée contenant 100 litres ou 158 kilog. de sucre. s	LITRES de sucre contenus dans 1000 litres de dissolution sucrée. t	LITRES de dissolution sucrée contenant 100 kilog. de sucre. u	KILOGRAMMES de sucre contenus dans 1000 litres de dissolution sucrée. x
31	1267	217	460	137	728
32	1278	208	479	132	758
33	1289	200	499	127	789
34	1300	193	519	126	820
35	1312	186	539	117	851
36	1324	173	560	113	883
37	1336	172	581	109	916
38	1348	166	602	105	910
39	1361	160	623	101	985
40	1374	155	645	98	1020
41	1387	150	667	95	1056
42	1400	145	690	92	1092
43	1413	140	714	89	1129
44	1427	135	738	86	1166
45	1441	131	762	83	1204
46	1455	127	787	80	1242
47	1470	123	812	77	1281
48	1485	119	838	75	1321
49	1500	115	861	73	1362
50	1516	112	891	71	1404
51	1532	109	918	69	1447
52	1548	106	945	67	1491
53	1561	103	972	65	1535
54	1580	100	1000	63	1580

$$d=\frac{147}{147-n} . s—(d-1)\left(\frac{147}{n}-1\right). t—\frac{10000}{s} \quad u—\frac{(d-1)}{d}\left(\frac{147}{n}-1\right)$$

$$. x—\frac{10000}{u}. d—1,58 \text{ densité du sucre.}$$

La Table n'est exacte que pour une température 0°, jusqu'à 10° aréom.; le degré baisse de 6° par l'ébullition, il ne baisse que de 4° pour les sirops ayant au moins 40° aréom.; à 20° ou 30° il baisse de 5°.

La méthode d'analyse que je viens de faire connaître, en empruntant pour sa description et son application le texte même de Dubrunfaut, n'est pas d'une exactitude rigoureuse; elle est basée sur plusieurs hypothèses dont la valeur n'était pas à l'abri de toute objection.

En effet, elle admet comme vraie cette supposition que les matières étrangères au sucre, contenues dans les liquides sucrés, jus et sirops, ont la même densité que le sucre lui-même.

Elle suppose que l'eau contenue dans les sirops, s'écoulant directement de la cristallisation du sucre, se trouve saturée de sucre cristallisable dans la même proportion que dans un sirop de sucre pur.

Elle admet que les quantités de sucre et de matières étrangères au sucre, ainsi déterminées, la quantité manquant au poids de la matière sucrée analysée représente de l'eau.

Enfin, elle admet que dans les mélasses une partie du sucre cristallisable se trouve neutralisée dans sa cristallisation par une quantité égale en poids de mucilage, et ainsi immobilisée dans la mélasse.

Malgré ces objections, sur lesquelles j'aurai l'occasion de revenir, on peut dire que cette méthode d'analyse pose pour la première fois les bases d'un art nouveau, la mélassimétrie, que Dubrunfaut devait developper et définitivement établir trente années plus tard, par des moyens beaucoup plus précis; elle le conduisit en outre à des découvertes de première importance, qui font époque dans l'histoire de la fabrication des sucres, et dont nous allons nous occuper.

§ 9.

DÉCOUVERTE DE LA POTASSE COMME BASE D'UNE NOUVELLE INDUSTRIE, DANS LES MATIÈRES ÉTRANGÈRES AU SUCRE CONTENUES DANS LA MÉLASSE DE BETTERAVES, PAR DUBRUNFAUT.

Dubrunfaut, appliquant sa méthode d'analyse à la mélasse, avait établi que telle qu'elle s'écoule de la dernière

cristallisation du sucre, et marquant 43° à l'aréomètre Baumé, elle avait pour composition :

Eau	20
Sucre cristallisable	40
Mucilage	40
	100

En 1831, Dubrunfaut, reprenant ses études sur cette question, écrivait (1) : « La proportion de sucre cristallisable est déduite, dans cette analyse, de la proportion « d'eau qu'on suppose avec raison être saturée de sucre « cristallisable, et rien n'a modifié mon opinion sur ce « point.

« Les recherches ultérieures que j'ai faites pour con« stater la proportion d'eau ont confirmé le chiffre ci« dessus. Ainsi, en cuisant la mélasse au caramel, point de « cuisson qui représente à peu de chose près du sucre « sec, on trouve à peu près 1/5 de perte en poids.

« La matière mucilagineuse, que j'avais représentée « provisoirement comme une matière simple, n'a rien « moins que ce caractère et sa composition variable semble « être très complexe.

« En faisant une série de recherches propres à consta« ter la quantité de sucre contenue dans divers corps su« crés, par la proportion d'alcool fourni par la fermenta« tion, j'ai trouvé que les mélasses de cannes et de betteraves « rendent des quantités d'alcool qui représentent des pro« portions de sucre plus grandes que celles que je leur ai « assignées en sucre cristallisable.

« ... Si l'on fait concentrer les vinasses produites par la « fermentation des mélasses, on obtient un liquide qui, « abandonné à lui-même, donne des cristallisations abon« dantes d'acétates, d'hydrochlorates et de sulfates alca« lins. Le liquide précipite par l'alcool un mélange de « substance animale et d'une substance végétale analogue « à la gomme.

(1) Dufrunfaut, *Agriculteur manufacturier*, tome III, p. 65, 1831.

« En incinérant les mélasses, on obtient des résidus « salins qui *m'ont beaucoup étonné*, et qui méritent sans « doute une attention particulière pour la mélasse de bet- « teraves.

« 100 kil. de mélasse de cannes rendent $8^k,55$ de cen- « dres, contenant beaucoup de charbon; ces cendres sont « fortement alcalines et donnent 24° à l'alcalimètre de « Gay-Lussac; l'alcalinité est ici due en partie à la potasse « et le titre correspond à 2 kil. de potasse pure. Cette po- « tasse, combinée en grande partie dans la mélasse avec « de l'acide acétique, et peut-être avec quelques autres « acides végétaux, représente à peu près 4 kil. de sels « végétaux qui doivent être considérés comme principes « de la mélasse de cannes.

« 100 kil. de mélasse de betteraves donnent 10 kil. de « cendres. Ces cendres, colorées en gris noir par un peu de « charbon, avaient subi une perte notable sur un têt à « rôtir en terre, où, étant chauffées au rouge brun, elles « entraient en fusion comme de la potasse pure.

« Ces cendres ne sont, en effet, que de l'alcali fort « riche; elles ont donné à l'alcalimètre de Gay-Lussac 80°, « ce qui représente à peu près $7^k,700$ de potasse pure, ou « à peu près 16 kil. de sels végétaux.

« La présence d'une pareille quantité de salin dans la « mélasse de betteraves peut donner lieu de croire à la « possibilité de l'extraire avec avantage.

« La mélasse de betteraves qui a servi dans cette expé- « rience était de bonne qualité, et il en est beaucoup qui « ne contiennent pas autant de sucre.

« D'après ces derniers résultats, on peut rétablir la com- « position des mélasses de la manière suivante :

	Mélasse de canne.	Mélasse de betterave.
« Densité	43°	43°
« Eau	20	20
« Sucre cristallisable	40	40
« Sucre incristallisable	35	10
« Sels végétaux, acétates, ulmates, etc.	4	16
« Mucilage végétal, matière animale, « sulfate, hydrochorates, acide ul- « mique, etc	1	14
	100	100

Quelque temps après, Dubrunfaut constata que lorsque l'on épuise par de l'eau bouillante le résidu de l'incinération de tout principe soluble, il reste un résidu insoluble qui contient du carbonate de chaux, que l'on peut également doser par la liqueur alcalimétrique de Gay-Lussac, et qui représente la chaux qui se trouvait en combinaison avec des acides organiques dans la matière sucrée soumise à l'analyse.

Ce nouveau procédé d'analyse des matières sucrées, et particulièrement de la mélasse, pénètre bien plus profondément dans leur composition intime.

Il renferme, en outre, une véritable découverte qui conduira à la création d'une industrie nouvelle, l'extraction de la potasse des mélasses de betteraves, dont Dubrunfaut jette les premières bases dans le même numéro de mai 1831 de l'*Agriculteur manufacturier*, et dont je rendrai compte en traitant, dans cet ouvrage, de cette nouvelle industrie.

A partir de cette époque l'analyse chimique avait donc à sa disposition deux méthodes de dosage des matières étrangères : l'une ayant pour but le dosage de ces matières dans leur ensemble et dans leur totalité, abstraction faite de leur nature et de leur composition chimique, et dont la quantité était représentée dans la matière sèche, déduite de la densité, par un même poids de sucre, c'est-à-dire sur une donnée tout à fait hypothétique ; l'autre, beaucoup plus précise, déterminant :

1° La quantité de matière sèche par dessiccation ;

2° La quantité de sucre par fermentation ;

3° La quantité de base en combinaison avec les acides organiques par l'incinération ;

4° La quantité d'acides végétaux par le calcul, en admettant qu'une partie en poids d'acide sulfurique à 66° représente 4 parties de sels végétaux ;

5° Enfin la quantité de mucilage par la quantité de matière sèche restant après la déduction faite des nombres obtenus de ces différents dosages.

Depuis cette époque jusqu'à ce jour, chacun de ces procédés, et particulièrement ce dernier, n'a cessé d'être appliqué dans le laboratoire Dubrunfaut à l'analyse des matières sucrées et surtout de la mélasse.

De 1850 à 1864, j'ai eu l'occasion d'appliquer également ces deux moyens d'analyse, et les résultats sont consignés dans mon travail ayant pour titre : ***Études chimiques sur les plantes saccharigènes***, qui fait partie de cet ouvrage (1).

Ces mêmes procédés se sont également developpés en France et dans tous les pays de production de sucre de betterave, en subissant divers changements et transformations qui vont être successivement étudiés ; mais pour rendre cette étude plus facile et plus claire, je continuerai dans la deuxième partie de ce paragraphe l'étude du procédé de dosage des matières étrangères au sucre, considérées dans leur totalité, abstraction faite de leur composition chimique, en réservant pour le paragraphe suivant l'étude des procédés de dosage des principes salins et des autres principes organiques et inorganiques dans les matières sucrées.

(1) Leplay, ***Études chimiques sur la végétation des plantes saccharigènes.***

IIe PARTIE.

§ 10.

I.

SACCHAROMÈTRE BALLING ET BRIX. — QUOTIENT DE PURETÉ.

Le procédé de dosage des matières étrangères par la densité des liquides sucrés, comparée à leur richesse saccharine, a été peu pratiqué en France.

En 1848, Clerget, sans en indiquer la source, le recommanda pour la ***détermination des rendements industriels des substances saccharifères*** (1), avec cette différence qu'au lieu de déterminer le sucre par fermentation, comme Dufrunfaut, il en opère le dosage à l'aide du saccharimètre de Soleil.

L'exemple de Clerget ne fut pas suivi en France ; mais vers 1840, l'usage de ce procédé de dosage se répandit en Allemagne sous le nom de saccharomètre Balling.

A cette époque, Balling construisit un aréomètre qu'il désigna sous le nom de saccharomètre, dans lequel il détermina la graduation par la richesse en sucre d'une dissolution de sucre pur ; chaque degré de l'aréomètre ou du saccharomètre représente 1 p. 100 de sucre en poids dans la dissolution. Chaque division du degré représente une même division du gramme de sucre dans la dissolution.

Cet instrument, plongé dans un liquide, sucré comme le jus de betterave, indique un degré sur l'échelle graduée de l'instrument, correspondant à la quantité de sucre nécessaire pour donner à une dissolution de sucre pur la même densité que possède le jus. Si, par exemple, le saccharomètre indique 14° à 17°,5 de température centigrade dans le jus de betterave et que l'essai saccharimétrique du même jus donne 11° à la même température,

(1) Clerget, *Analyse des substances saccharifères*, brochure, p. 26, 1849.

on en conclura que la quantité de matières étrangères est égale à 14 — 11 = 3 ; c'est-à-dire que sur 14 de matières sèches contenues dans le jus, il se trouve en

sucre.	11
en matières étrangères . . .	3
	14

Les chimistes allemands désignent les matières étrangères ainsi dosées par les mots caractéristiques de *nicht zucker* (*non-sucre*).

Il est facile de voir que la méthode Balling n'est autre que le procédé Dubrunfaut, dans lequel le dosage du sucre a lieu par le saccharimètre au lieu et place de la fermentation, et dans lequel l'aréomètre Baumé et la table de Dubrunfaut, donnant les rapports de densité de l'aréomètre Baumé avec la dissolution de sucre pur, sont remplacés par le saccharomètre.

Pour fixer un point de comparaison qui permette d'établir les rapports de pureté que peuvent présenter entre eux les différents liquides sucrés, on a pris pour base la quantité de sucre contenues dans 100 parties de matière sèche ainsi dosée, et l'on a désigné cette quantité sous le nom de *quotient de pureté*.

Le quotient de pureté d'une matière sucrée est donc la quantité de sucre qu'elle contient pour 100 de matière sèche, déterminée par la densité au saccharomètre Balling.

Cette méthode de dosage facile et rapide du *non-sucre* a un grand succès en Allemagne, où elle est généralement pratiquée, et ce procédé, né en France, nous est revenu d'Allemagne vers 1871, surtout par les ouvrages de Walkoff et de Stammer sur la fabrication et le raffinage du sucre ; depuis quelques années il se répand également en France avec la même rapidité et avec la même confiance dans ses résultats, et, dans tous les essais des chimistes répandus dans la sucrerie de betterave en France, il est aujourd'hui question surtout du quotient de pureté.

Cependant les avis n'ont pas manqué sur le peu de précision que présente cette méthode et sur les erreurs qu'elle

ŭner par son emploi exclusif. Il est des cas où
s ont été très préjudiciables, l'occasion se pré-
le démontrer en traitant de son application
ılyse des produits du travail des sucres; mais
ler plus loin, il est nécessaire de faire connaître
les critiques qui en ont été faites, le degré d'inexactitude qu'il présente, et les moyens de le rendre plus exact pour le dosage des matières étrangères au sucre.

II.

QUOTIENT DE PURETÉ APPARENT. — QUOTIENT RÉEL DE PURETÉ. STAMMER.

Dès l'année 1861 (1), le docteur Stammer, analysant les différents liquides sucrés en cours de fabrication, examine comparativement la méthode de détermination de la matière sèche par le saccharomètre Balling et par la dessiccation directe; en déduisant de la matière sèche obtenue par ces deux méthodes la quantité de sucre trouvée par le saccharimètre, il établit la quantité de non-sucre, c'est à-dire de matières étrangères, et par suite le quotient de pureté indiqué par chacune de ces méthodes.

Le docteur Stammer s'est servi de ces deux méthodes pour étudier comparativement la composition des différents liquides sucrés en cours de fabrication dans la sucrerie de betterave. Je donne ici les résultats des analyses du docteur Stammer, en les considérant au seul point de vue des différences que présentent ces deux méthodes appliquées aux mêmes liquides sucrés, en me réservant de revenir plus tard sur la méthode d'analyse plus complète qu'il propose, et sur la pureté relative des liquides sucrés déterminée par ces analyses.

Le tableau suivant résume les résultats obtenus par le docteur Stammer.

(1) Stammer, *Le Technologiste* des 1, 22, 26 décembre 1861; 5, 26 janvier 1862; — *Journal des fabricants de sucre*, nᵒˢ 34, 37, 39, 42, 43, années 1861 et 1862.

DÉSIGNATION.	COMPOSITION SUIVANT BALLING.			COMPOSITION PAR DESSICCATION DIRECTE.			QUOTIENT DE PURETÉ	
	Matières sèches. 1	Sucre. 2	Non sucre. 3	Matières sèches. 4	Sucre. 5	Non sucre. 6	Suivant Balling. 7	par dessiccation. 8
Jus de betteraves brut..........	12,40	10,14	2,26	11,59	10,14	1,45	81,8	87,50
Jus déféqué..................	11,60	9,59	2,01	10,91	9,59	1,29	82,7	87,90
Jus filtré....................	11,60	10,10	1,50	11,13	10,10	1,03	87,1	90,80
Jus concentré filtré............	53,00	45,58	7,42	51,18	45,65	5,53	86,0	89,19
Sirop de sucre de premier jet....	73,80	54,05	19,75	68,89	55,92	12,97	74,6	81,03

En examinant les nombres groupés dans les colonnes nos 1 et no 4 de ce tableau, on reconnaît que la détermination de la matière sèche dans les dissolutions sucrées par le saccharomètre de Balling, comparativement avec la détermination de la matière sèche par la dessiccation directe, présente des nombres bien différents pour une même matière sucrée, par conséquent est bien loin d'être exacte ; le quotient de pureté que l'on en déduit est une indication très fausse et très éloignée du véritable quotient déterminé par expérience directe, comme l'établissent les nombres des colonnes no 7 et no 8 du tableau.

Il existe donc deux moyens de déterminer le quotient de pureté : l'un le dosage des matières étrangères par le saccharomètre Balling, qui n'est qu'approximatif, et le dosage des mêmes matières par l'expérience directe, c'est-à-dire par la dessication, qui est le seul moyen véritablement exact.

En 1869, M. Stammer, reprenant la même question de l'examen des différents produits sucrés en cours de fabrication, recommande de nouveau la même méthode d'analyse : détermination du sucre par le saccharimètre, et détermination de la matière sèche, soit par la dessiccation directe, soit par l'aréomètre Balling. Il désigne le premier sous le nom de quotient de *pureté réel* et le second sous le nom de quotient de *pureté apparent*, et il reconnaît que le dosage de la matière sèche par l'aréomètre Balling ou Brix est *le seul dosage possible en sucrerie.* Nous citerons ici textuellement M. Stammer (1).

« D'après le poids aréométrique (comme nous dési-
« gnons les degrés observés à l'aréomètre Balling ou
« Brix, *les seuls propres à un dosage en sucrerie*) et le
« titre saccharimétrique du jus, on peut déduire l'expres-
« sion pour la qualité apparente du jus. Le poids aréo-
« métrique donnant la teneur du jus en substance dis-
« soute ou sèche, avec le degré d'exactitude possible

(1) Stammer, *Journal des fabricants de sucre*, 14 janvier 1869.

« pour l'aréomètre, c'est-à-dire approximatif ou appa-
« rent, on en peut aisément calculer la quantité de sucre
« pur pour 100 parties de matière dissoute. Ce nombre,
« que nous appellerons rapport saccharimétrique ou
« quotient du jus, sera donc trouvé par la proportion
« suivante pour un jus ayant fourni par exemple un
« degré aréométrique Balling de 12,0 p. 100, et un titre
« sucre de 9,6.

$$12{,}0 : 9{,}6 = 100 : x.$$

« d'où $x = 80{,}0$, rapport saccharimétrique apparent,
« c'est-à-dire que sur 100 parties de matière sèche, in-
« diquée par l'aréomètre, il se trouve réellement 80 par-
« ties de sucre. Pour trouver ce rapport réel, il faudrait
« naturellement déterminer la quantité de substance dis-
« soute *sans aréomètre*, c'est-à-dire par une dessiccation
« directe du jus.

« Enfin, en se servant du *rapport apparent* et du titre
« saccharimétrique, on peut trouver un nombre absolu
« représentant la *valeur proportionnelle* du jus ; en effet,
« cette valeur est en proportion directe et composée de
« ces deux nombres, et sera donc représentée par leur
« produit, qu'on peut encore, pour plus de simplification,
« désigner par 100. Cette valeur proportionnelle du jus
« dans le cas en question sera donc de

$$\frac{80{,}0 \times 9{,}6}{100} = 7{,}7.$$

« *Ce nombre est singulièrement propre pour la compa-*
« *raison des différents jus, parce qu'il contient tous les*
« *éléments nécessaires pour former un jugement pra-*
« *tique et suffisamment exact.* »

J'ai souligné ces dernières lignes du docteur Stammer, parce qu'il peut paraître surprenant qu'elles aient été écrites par le même chimiste qui, sept années auparavant, publiait le tableau ci-dessus, où sont signalées les erreurs auxquelles peut entraîner l'emploi de la méthode Balling.

Pour vérifier et faire voir la valeur de la méthode du docteur Stammer, qu'il ***considère*** comme suffisamment exacte, méthode qui consiste à déterminer ***la valeur*** proportionnelle des jus entre eux, nous l'avons appliquée aux nombres qu'il a donnés lui-même dans son précédent travail (1861), pris dans le tableau ci-dessus, et qui représentent le quotient de pureté déterminé par les deux méthodes, — l'une Balling, et l'autre la dessiccation simple, comparativement sur les mêmes liquides, — c'est-à-dire sur les jus.

Les nombres obtenus sont groupés dans le tableau suivant :

DÉSIGNATION.	QUOTIENT de pureté d'après Balling. 1	SUCRE d'après le saccharimètre. 2	VALEUR proportionnelle correspondante. 3	QUOTIENT de pureté d'après dessiccation. 4	SUCRE d'après le saccharimètre. 5	VALEUR proportionnelle correspondante. 6
Jus de betteraves brut....	81,8	10,14	8,294	87,50	10,14	8,874
Id. déféqué.	82,7	9,59	7,930	87,90	9,59	8,429
Id. filtré. ..	87,1	10,10	8,797	90,80	10,10	9,170

Il résulte des nombres groupés dans les colonnes 3 et 6, qu'un jus déféqué et filtré sur le noir animal en grain a une *valeur proportionnelle* déterminée par la méthode Balling, moins grande (8,797) que le même jus brut, c'est-à-dire n'ayant subi aucune opération, mais dont la *valeur proportionnelle*, 8,874, a été déterminée par dessiccation.

La conséquence rigoureuse à tirer de la comparaison de ces deux méthodes est que le *quotient de pureté apparent* et la *valeur proportionnelle* qu'on peut en déduire procèdent d'une base fausse, donnent des résultats erronés, et doit être rejetée comme contrôle insuffisant des opérations de la fabrication et du travail des sucres.

Cependant, malgré les faits et les conclusions de son premier travail de 1861, le Dr Stammer n'hésite pas, en 1869, à recommander cette nouvelle méthode, en la baptisant du nom de *Quotient de pureté apparent*, comme le seul moyen d'analyse praticable en cours de fabrication.

III.

SACCHAROMÈTRE VIVIEN. — DEGRÉ DE PURETÉ. — RENDEMENT INDUSTRIEL EN SUCRE, SUIVANT M. VIVIEN.

On vient de voir à quelles erreurs et à quelles fausses conséquences peut conduire l'emploi du saccharomètre Balling ou de Brix; cependant, un chimiste français, en 1873, a repris cette même méthode à l'Allemagne en la rebaptisant d'un autre nom ; et le saccharomètre Balling ou Brix, s'appellera en France le saccharomètre Vivien, avec cette différence, que le saccharomètre de Balling ou de Brix indique des centièmes de sucre dans la dissolution par rapport à son poids, tandis que le saccharomètre de Vivien indique des centièmes de sucre par rapport au volume de la dissolution. Le quotient de pureté portera le nom de *degré de pureté*. La valeur proportionnelle sera conservée; mais ces trois valeurs se trouveront augmentées d'une quatrième qui n'a pas plus de valeur que les trois autres, et que M. Vivien désigne sous le nom de *rendement industriel en sucre* (1).

Ce rendement se détermine de la manière suivante : après de nombreuses expériences faites en fabrique, M. Vivien est parvenu à trouver un coefficient qui permet, étant donné la densité, la teneur en sucre et le degré de pureté du jus, de déterminer la quantité de sucre blanc cristallisé pouvant être extrait de 100 kilog. de betteraves, par les procédés perfectionnés actuellement en usage, et pour une pression à 22 p. 100 de pulpe, avec addition de 20 p. 100 d'eau.

(1) Vivien, *La Sucrerie indigène*, tome VIII, p. 17-121, année 1873.

Ce coefficient est 0,776. « En désignant par S la quan-
« tité de sucre reconnue dans le jus; par P le degré de
« pureté; par D la densité du jus ou poids de l'hectolitre;
« et par R le rendement en sucre blanc n° 3 extrac-
« tible, M. Vivien est arrivé à poser la formule :

$$R = \frac{0,776 \times S \times P}{D} = \text{rendement par 100 kilo-}$$

« grammes. »

On voit par cet exemple, dans quelles limites étroites serait circonscrite la méthode de M. Vivien, de déterminer le rendement en sucre extractible des matières sucrées, si elle n'était entachée du même vice d'origine que le quotient ou degré de pureté, en un mot, que la méthode elle-même, basée sur la détermination de la matière sèche par la seule densité.

« Ce quotient de pureté n'est, en réalité, » dit Dubrunfaut (1), « que la détermination de la proportion de sucre
« renfermé dans 100 parties de la matière sèche; et comme
« ce mode d'exprimer la valeur des matières sèches des
« sirops en centièmes de sucre ne se préoccupe pas de
« la nature variable des matières étrangères qui lui sont
« alliées, il en résulte que le quotient de pureté ainsi
« énoncé n'a aucune signification absolue et ne peut four-
« nir aucun renseignement précis sur le rendement indus-
« triel que l'on peut attendre des sirops soumis à ce genre
« d'examen, et il peut même, dans certains cas, faire com-
« mettre de graves erreurs ou conduire à des consé-
« quences absurdes.

« Telles sont, en effet, les conséquences que tous les
« expérimentateurs allemands ont publiées en s'environ-
« nant des seules indications du quotient de pureté, et ces
« cas sont nombreux. Cette particularité ôte toute espèce
« de valeur aux travaux en question.

« En examinant les jus des betteraves sous le seul con-

(1) Dubrunfaut, lettre du 12 juin 1875; — *Le Sucre*, tome II, p. 270. 1878.

« trôle du quotient de pureté, les chimistes allemands ont « reconnu que, pour leurs racines, ce quotient pouvait « varier entre 60 et 88. Pour les masses cuites, premier « jet, ces quotients varieraient entre 75 et 92.

« Dans les diverses mélasses du commerce, on trouve « que les quotients de pureté peuvent varier entre 50 et « 68 centièmes, et que, par conséquent, le sucre se trouve « être rendu incristallisable par son poids de matières « étrangères, tandis que, dans le second cas, le même ef« fet se trouve produit par une quantité de matières étran« gères moitié moindre.

« Ces simples observations suffisent pour démontrer ce « qui était pressenti et admis instinctivement depuis long« temps, savoir : qu'il existe des différences dans la na« ture et les propriétés des diverses matières qui consti« tuent les résidus mélasses, et elles démontrent à « l'évidence l'impuissance du quotient de pureté, consi« déré comme mesure de la valeur des sirops. Serait-il pos« sible d'admettre, en effet, qu'une mélasse incristalli« sable, qui donnerait 68 pour quotient de pureté, eût la « valeur d'un jus de betteraves parfaitement cristallisable « en sucre, et qui accuserait le même quotient de pu« reté 68.

« On peut donc admettre, avec nous, que tous les quo« tients de pureté, appliqués aux jus, sirops ou mélasses, « n'ont aucune signification ni aucune valeur industrielle « quelconque ; ils indiquent exactement, grâce au saccha« rimètre de Soleil, la présence du sucre et ses propor« tions quantitatives en centièmes, mais ils ne peuvent « indiquer ni fournir les moyens de conclure, dans au« cun cas, de leurs seuls nombres, les proportions de sucre « extractibles, ni, par conséquent, les proportions qui res« teront immobilisées en mélasse après le travail indus« triel accompli. »

La méthode, quel que soit le nom qu'on lui donne, Balling, Brix, Vivien, ou tout autre, n'est pas plus exacte dans la détermination de la matière sèche, composée de sucre et de non-sucre. Pour qu'elle soit exacte, il fau-

drait que toutes les matières étrangères au sucre, contenues dans les liquides sucrés soumis à cette méthode, eussent la même densité que le sucre lui-même ; on sait que ces matières sont complexes, qu'elles renferment des matières végétales, telles que l'albumine, la pectine et autres, dont la densité se rapproche ou même est inférieure à celle du sucre, et des sels minéraux, tels que le nitrate de potasse, le chlorure de potassium, le chlorure de sodium, dont la densité est beaucoup plus grande que celle du sucre.

En effet, tandis qu'une dissolution de sucre contenant

	au densimètre.	au saccharomètre Balling.	
par litre 100 grammes de sucre donne	1038	9°,50	p. 100
Une dissolution de 100 gr. dans la même quantité d'eau de nitrate de potasse donne..	1062	15°,0	—
Une dissolution de 100 gr. de chlorure de potassium dans la même quantité d'eau......	1065	15°,8	—
Une dissolution de chlorure de sodium, 100 grammes également dans la même quantité d'eau....................	1068	16°,8	—

L'on voit, par ces nombres, qu'un même poids de sucre et de chacun de ces sels dissous dans un même volume d'eau donne des dissolutions ayant des densités bien différentes, et à quelles erreurs peut entraîner le saccharomètre Balling, pris pour mesure dans la détermination des matières sèches.

Ainsi, le saccharomètre Balling, plongé dans une dissolution de sucre contenant 100 grammes de sucre par litre, accusera en matière sèche, pour 100 en poids, 9,5.

Tandis que plongé dans une dissolution de nitrate de soude, contenant également 100 grammes de ce sel, il accusera en matière sèche, p. 100............. 15,0

Dans une dissolution de chlorure de potassium. 15,8

Dans une dissolution de chlorure de sodium.... 16,8

L'erreur en plus dans ces différents cas est donc considérable; elle est pour le nitrate de potasse, de 57 p. 100
pour le chlorure de potassium, de.......... 66 —
pour le sel marin, de .... 76 —

Dans une dissolution de sucre qui contiendrait, par exemple, 50 grammes de sucre et 50 grammes de chlorure de potassium par litre, le saccharomètre Balling indiquerait en matière sèche................. 12,65 p. 100
dans ce cas, l'erreur ne serait plus que de 33 —

Dans une dissolution qui contiendrait par litre 75 de sucre et 25 de chlorure de potassium, l'erreur serait encore de.......................... 16,50 p. 100.

Ces différents sels, et particulièrement le nitrate de potasse et le chlorure de potassium, existent constamment et en quantité variable dans les betteraves; dans les bonnes betteraves à sucre, les quantités de ces sels y sont généralement assez faibles par rapport au sucre, pour ne pas fausser, dans une grande proportion, les résultats de la méthode Balling; mais les opérations de la fabrication ne produisant aucune élimination de ces sels, ils vont en s'accumulant dans les sirops d'égout de chaque cristallisation de sucre, et, en définitive, se retrouvent dans le dernier produit liquide, la mélasse.

Il arrive même que ces deux sels se rencontrent en si grande quantité dans les sirops d'égout de deuxième jet, qu'ils cristallisent abondamment en même temps que le sucre de troisième jet, et s'y trouvent dans des proportions qui se sont élevées, dans certains cas, jusqu'à 20 et 25 p. 100 du poids du sucre. Les mélasses qui s'en écoulent se trouvent ainsi saturées de ces sels, et il n'est pas rare de trouver des mélasses contenant en chlorure de potasse, 4 p. 100, et en nitrate de potasse, jusqu'à 6 à 8 p. 100. Ces mélasses contenant, en outre, de 45 à 50 p. 100 de sucre, il en résulte que ces deux sels peuvent s'y rencontrer dans la proportion de 25 p. 100 du poids du sucre; dans ce cas, l'erreur sur le dosage de la matière sèche serait égale à celle qui est indiquée ci-dessus, c'est-à-dire de 16,50 p. 100 supérieure à la réalité.

La mélasse produite dans la fabrication du sucre de betterave étant généralement en moyenne de 50 p. 100 du sucre obtenu, l'erreur produite par l'emploi du saccharomètre Balling dans l'analyse du jus de betterave devra être réduite dans la proportion de 100 à 25, c'est-à-dire pour le cas ci-dessus à 4 au lieu de 16; cette erreur de 4 p. 100, dans le dosage de la matière sèche, peut être sans grande gravité, tandis qu'il ne peut en être de même dans l'analyse des mélasses où cette erreur est de 25 p. 100 en plus.

Cette erreur a été la cause principale du jugement erroné porté par les chimistes allemands, dans le début de l'application du procédé de l'osmose de Dubrunfaut; erreur due à l'emploi du saccharomètre Balling, exclusivement employé avec le saccharimètre, dans l'analyse des mélasses osmosées et des eaux d'exosmose, comme j'aurai l'occasion de le démontrer dans la partie de cet ouvrage traitant de l'analyse osmotique.

Cette erreur, estimée à 4 p. 100 dans l'analyse du jus de betteraves, sera d'autant moins grande, que les betteraves seront plus riches en sucre et en matières organiques, et moins riches en sels minéraux.

Il résulte de ce qui précède que la méthode de détermination de la quantité de matière sèche par le saccharomètre Balling ou tout autre instrument, basé sur la densité des liquides sucrés, et le quotient de pureté que l'on en déduit, est inexacte, et cette inexactitude d'autant plus grande que cette méthode s'applique à des produits sucrés moins riches en sucre et plus riches en sels minéraux, et se rapprochant le plus des mélasses.

Le seul moyen de déterminer exactement la quantité de matière sèche dans un liquide sucré, et d'en déduire le quotient de pureté réel, est la constatation de l'eau par la dessiccation de la matière analysée. La matière sèche réelle étant connue, et la quantité de sucre contenue dans la matière analysée ayant été constatée par le saccharimètre, il devient facile d'en déduire le *degré de pureté* ou *quotient de pureté;* mais le nombre ainsi obtenu ne peut

servir qu'à établir une relation de pureté ou d'impureté entre différents liquides sucrés, et ne peut être utilisé pour établir, avec quelque certitude, un rendement industriel en sucre pur.

Il a été fait, dans le laboratoire Dubrunfaut, de 1872 à 1878, un grand nombre d'analyses de sirops, masses cuites et mélasses dans lesquelles les deux méthodes de détermination des matières sèches et du quotient de pureté correspondant ont été comparativement employées. Tous les résultats obtenus confirment l'inexactitude de la méthode Balling, c'est-à-dire de la méthode de détermination de la matière sèche par la densité des dissolutions sucrées.

Les réserves que je viens de faire en faveur de l'application du saccharomètre Balling, Brix, Vivien, etc., aux jus de betteraves, comme fournissant des données d'une exactitude suffisamment approximative, m'engagent, dans le but de compléter cette étude, à reproduire une table de M. Vivien, publiée dans le tome Ier de son traité complet de la fabrication du sucre (1), donnant le poids spécifique des dissolutions de sucre pur dans l'eau, et le poids correspondant du sucre pur contenu dans 100 litres de la dissolution.

J'ai déjà donné une table semblable publiée par Dubrunfaut en 1833 (2), et reproduite plus haut (3), mais la table de Dubrunfaut donne la densité des liquides sucrés à la température de zéro, et son emploi oblige à des corrections qui varient avec la température, tandis que la table de Vivien donne cette densité à 15° centigrades, c'est-à-dire à une température qu'il est toujours facile d'obtenir dans les laboratoires.

Cette table remplace parfaitement les instruments spéciaux désignés sous le nom de saccharomètres, et il suffit de déterminer avec un densimètre suffisamment exact

(1) Vivien, *Traité complet de la fabrication du sucre en France*, tome Ier, p. 80, 1876.
(2) Dubrunfaut, *Agriculteur manufacturier*, tome IV, p. 96, 1833.
(3) Dubrunfaut, *Le Sucre*, tome II, p. 270, 1878.

(le densimètre de Gay-Lussac) le poids spécifique de la dissolution à essayer, à la température de 15°, pour connaître immédiatement, par la table de M. Vivien, la quantité de sucre pur qu'il faudrait pour donner un hectolitre de dissolution à la même densité.

D'autres chimistes ont publié des tables semblables à celles de Dubrunfaut et de M. Vivien, entre autres, MM. Pellet, Maumené, Chancel, etc., etc. Nous renvoyons à l'ouvrage de M. Vivien pour apprécier les différences que ces tables peuvent présenter entre elles.

Tableau donnant le poids spécifique des dissolutions de sucre pur et le poids correspondant de sucre pur contenu dans un hectolitre de dissolution, d'après M. Vivien, pour servir à la détermination du quotient de pureté apparent.

	kil.		kil.		kil.		kil.
1001	0,261	1027	7,057	1053	13,846	1079	20,705
1002	0,522	1028	7,318	1054	14,108	1080	20,968
1003	0,783	1029	7,579	1055	14,370	1081	21,230
1004	1,045	1030	7,840	1056	14,639	1082	21,492
1005	1,306	1031	8,101	1057	14,894	1083	21,754
1006	1,568	1032	8,362	1058	15,156	1084	22,017
1007	1,829	1033	8,623	1059	15,418	1085	22,280
1008	2,090	1034	8,884	1060	15,680	1086	22,543
1009	2,352	1035	9,145	1061	15,941	1087	22,806
1010	2,613	1036	9,406	1062	16,202	1088	23,069
1011	2,874	1037	9,667	1063	16,463	1089	23,332
1012	3,136	1038	9,928	1064	16,724	1090	23,595
1013	3,398	1039	10,189	1065	16.985	1091	23,859
1014	3,659	1040	10,450	1066	17,246	1092	24,123
1015	3,921	1041	10,711	1067	17,508	1093	24,386
1016	4,185	1042	10,972	1068	17,770	1094	24,650
1017	4,418	1043	11,233	1069	18,032	1095	24,914
1018	4,712	1044	11,494	1070	18,300	1096	25,180
1019	4,976	1045	11,755	1071	18,562	1097	25,445
1020	5,230	1046	12,016	1072	18,824	1098	25,711
1021	5,492	1047	12.277	1073	19,086	1099	25,977
1022	5,753	1048	12,538	1074	19,349	1100	26,241
1023	6,014	1049	12,799	1075	19,656	1200	
1024	6,275	1050	13,060	1076	19,918	1300	
1025	6,535	1051	13,322	1077	20,180		
1026	6.796	1052	13,584	1078	20,442		

IV.

DEGRÉ ACRATOMÉTRIQUE DE M. E. BARBET.

M. Barbet, après avoir constaté le peu de précision de la détermination des matières étrangères par la densité des dissolutions, cherche, par l'expérience suivante, le moyen de rendre ce procédé plus précis.

« Une masse cuite, 1er jet, » dit M. Barbet, « ayant la « composition suivante :

« Sucre.....................	84,62
« Eau à 110°...............	3,50
« Cendres..................	5,61
« Matières organiques........	6,27

« Le quotient de pureté de cette masse cuite est de

$$\frac{84,62}{96,50} = 87,68.$$

« Dissolvons cette masse cuite dans l'eau distillée de « façon à former un sirop. Pour obtenir le quotient de « pureté de ce sirop, d'après la méthode Balling ou de « Brix, on dosera le sucre au polarimètre, et l'on pèsera « le sucre avec les aréomètres Balling ou Brix. Le quo- « tient de sucre réel par le degré lu sur l'instrument doit « donner le quotient de pureté du sirop; or, nous ne trou- « vons plus comme pureté que 84,76, c'est-à-dire à très « peu près la teneur en sucre de la masse cuite primitive « qui, par conséquent, devrait être presque anhydre (1). »

Je vais reproduire ici textuellement la méthode de correction employée par M. Barbet :

« Les corps en dissolution dans l'eau obéissent généra- « lement au principe d'Archimède, tout comme s'ils étaient « insolubles.

« D'après M. Maumené, la densité de sucre à 15° centi-

(1) Barbet, *Sucrerie indigène*, tome XIII, p. 226, 1878.

« grades est de 1595; à la même température, la densité
« de l'eau est de 0,99915. Prenons 1 cent. cube de sucre
« et faisons-le dissoudre dans l'eau distillée de façon à
« former 100 cent. cubes.

« Quel sera à cette température de 15° le poids du mé-
« lange?

Il y aura :	1 cent. cube de sucre, pesant........		1 gr. 595
	99 — d'eau, —		98 gr. 916
Soit :	100 cent. cube du mélange, pesant.....		100 gr. 511

« Tel est le poids absolu, et si nous le rapportons à l'eau
« à 15°, prise pour unité, le poids spécifique sera

$$\frac{100,511}{99,915} = 1,00595.$$

« Donc chaque fois que nous remplaçons 1 cent. cube
« d'eau par 1 cent. cube de sucre, le poids de 100 cent.
« cubes augmente de 0,596, c'est-à-dire du poids du
« sucre introduit, diminué du poids du volume d'eau dé-
« placé.

« Réciproquement, chaque fois que nos 100 cent. cubes
« de liquide sucré auront un excédent de 0,596, nous
« pourrons dire que notre liqueur contient 1 cent. cube de
« sucre. Et autant de fois $0^{gr},596$ seront contenus dans
« l'excédent du poids d'un liquide sucré pur sur le même
« volume d'eau à 15°, autant de fois les 100 cent. cubes
« de ce liquide contiendront 1 cent. cube, c'est-à-dire
« $1^{gr},595$ de sucre.

« Par une simple proportion l'on trouvera que l'excé-
« dent de poids, occasionné par 1 gramme de sucre sur
« 100 cent. cubes de liquide, sera

$$\frac{0,596}{1,595} = 0,373.$$

« Appliquons la même méthode au non-sucre, en pre-
« nant pour exemple un sirop qui représente la moyenne
« d'une fabrication donnant la composition suivante :

« Composition moyenne pour 100 cent. cubes :

Sucre	45 gr 862
Non sucre	6 — 376
Eau	68 — 262
Poids de 100 cent. cubes à 15°	120 gr. 500

« Les diverses substances dissoutes donnent donc aux « 100 cent. cubes un excédent de poids de 20gr,500 sur « l'eau à 4°, prise pour unité, et 20gr,585 sur l'eau à 15°; « or, en consultant les tableaux qui donnent le poids du « sucre par rapport à la densité, on peut voir qu'une so- « lution contenant 45gr,862 p. 100 de sucre pèse 117gr,375 « aux 100 cent. cubes, soit un excédent de 17gr,46 sur « l'eau distillée à 15 degrés.

« Les 6gr,376 de non sucre donnent un excédent de « 20gr,585 — 17,46 = 3,125° répétant le même raisonne- « ment que plus haut pour le sucre, nous en conclurons « que le coefficient d'influence du non-sucre est de

$$\frac{3,125}{6,376} = 0,489.$$

« D'après le principe d'Archimède, le volume occupé « par les 6gr,376 de non-sucre doit être de :

$$6,376 - 3,125 = 3^{cc},251,$$

« car l'excédent, 3gr,125, peut être appelé *poids du non-* « *sucre pesé dans l'eau*; et ce poids ajouté au poids du « volume d'eau déplacé doit reproduire 6,376 ; faisons la « petite correction de température : 3gr,251 d'eau occu- « pent à 15° un volume de $\frac{3,251 \times 100}{99,915} = 3^{cc},254$.

« Nous déduisons de là que la densité moyenne du non- « sucre est à 15° de $\frac{6,376}{3,254} = 1,959$

« Maintenant résolvons le problème inverse.

« Supposons que dans le sirop précédent nous ne con-
« naissions que la densité et la teneur en sucre pour 100
« cent. cubes. Tous calculs faits, nous trouvons que le
« non-sucre donne un excédent de 3gr,125 pour 100 cent.
« cubes ; or, chaque gramme de non-sucre donne un ex-
« cédent de 0,489 autant de fois que : 0,489 est contenu
« dans 3gr,125, autant il y aura de grammes de non-sucre
« pour 100 cent. cubes.

$$\frac{3,125}{0,489} = 6,376.$$

« En pratique, on préfère les multiplications aux divi-
« sions : au lieu du diviseur 0,489, nous n'avons qu'à dé-
« terminer le coefficient inverse qui produira le même
« résultat ; c'est le quotient :

$$\frac{6,376}{3,126} = 2,04.$$

« La règle à suivre pour déterminer le non-sucre, sera
« donc la suivante :

« Doser le sucre pour 100 cent. cubes.

« Regarder à la table la densité qui y correspond, et
« la soustraire de la densité réelle du liquide.

« Enfin, multiplier la différence par ce que nous avons
« appelé le coefficient inverse, 2,04.

« Ce coefficient subira de légères variations suivant
« les localités, suivant la nature des betteraves et selon la
« façon dont on les travaillera. Les essais dont nous ren-
« dons compte ici ont été faits dans une sucrerie travail-
« lant des betteraves assez salées, provenant de polders
« et employant le procédé de la défécation claire.

« Pour les sirops des départements de l'Aisne, la Somme
« et pour d'autres, le coefficient inverse tend à se rappro-
« cher encore plus de 2, et même à lui devenir très légè-
« rement inférieur.

« Il faudra donc que chaque chimiste commence par
« faire un certain nombre d'analyses exactes à la silice,

« qui lui permettront de modifier, s'il y a lieu, le coeffi-
« cient 2 (1) ».

En présence de cette citation textuelle, on ne peut s'empêcher d'admirer les efforts faits pour consolider un procédé qui ne peut laisser dans l'esprit de l'opérateur une certitude suffisante de ses résultats, dans l'analyse de matières sucrées qui, pour une même fabrique, présentent le plus souvent de grandes différences dans leur composition, soit en sucre, soit en matières étrangères.

§ 11.

I.

DOSAGE DES SELS CONTENUS DANS LES MATIÈRES SUCRÉES.

Dosage des sels contenus dans les matières sucrées par l'incinération simple ou charbonneuse. — Méthode Dubrunfaut.

J'ai fait connaître sommairement, dans le § I, le moyen indiqué par Dubrunfaut, dès l'année 1832, pour doser les bases potasse, soude et chaux combinées à des acides organiques et inorganiques dans les matières sucrées.

Ce moyen est l'incinération, ou plutôt *la carbonisation*. Les bases potasse, soude, chaux, et souvent aussi la magnésie, qui se trouvent dans les matières sucrées soumises à l'analyse, en combinaison avec des acides végétaux, se retrouvent dans le résidu charbonneux de l'incinération, à l'état de carbonates de potasse et de soude solubles dans l'eau, et à l'état de carbonates de chaux et de magnésie insolubles dans l'eau.

De l'eau mise en ébullition sur le résidu de l'incinération jusqu'à épuisement complet, dissout les carbonates solubles, et laisse dans le dépôt non dissous les carbonates insolubles.

Le titre alcalimétrique de la dissolution détermine la quantité d'acide sulfurique nécessaire pour saturer les

(1) E. Barbet, *Analyse des liquides sucrés*, brochure, p. 8, 1879.

carbonates solubles de potasse et de soude, et le titre de la partie insoluble, la quantité d'acide sulfurique nécessaire pour saturer le carbonate de chaux et de magnésie.

Les bases qui se trouvaient à l'état de sulfate et de chlorure dans la matière sucrée avant l'analyse se retrouvent sous le même état dans le produit de l'incinération, se dissolvent dans le traitement par l'eau, et peuvent y être dosées par les réactifs ordinaires de ces produits.

En 1851, Dubrunfaut présenta à l'Académie des sciences un mémoire sur les procédés saccharimétriques employés dans son laboratoire. Il fait connaître cette méthode d'analyse des cendres des matières sucrées, et l'application que l'on pouvait en faire pour la détermination du rendement en sucre et en mélasse des sucres bruts et des matières sucrées. « Cette méthode pourrait prendre, à juste titre, le « nom de méthode *mélassimétrique*, car elle constate di« rectement la quantité de mélasse que peut donner, dans « les travaux habituels des fabriques et du raffinage, une « matière première saccharifère, et ce n'est qu'indirecte« ment qu'on arrive, par cette voie, au titre saccharimé« trique (1). »

Ainsi, dès 1851, Dubrunfaut pose, à l'aide de cette détermination du titre alcalimétrique du salin des matières sucrées, les bases d'un art nouveau, la *mélassimétrie*, dont il écrit le mot qui le résume si complètement; art nouveau qu'il devait rendre si fécond quelques années plus tard.

II.

MÉTHODE PÉLIGOT POUR L'ANALYSE DES SUCRES BRUTS (1).

Un mois plus tard, M. Péligot présentait également à l'Académie des sciences un procédé d'analyse qui s'ap-

(1) Dubrunfaut, *Comptes rendus de l'Académie des sciences*, tome XXXII, p. 250, 17 février, année 1851.

(2) Péligot, *Comptes rendus de l'Académie des sciences*, tome XXXII, p. 421, année 1851.

pliquait particulièrement aux sucres bruts en vue du raffinage. Il consistait :

1° A doser les matières insolubles, débris organiques, sables, terre, etc., qui peuvent se trouver dans les sucres bruts de canne et de betterave surtout dans les sucres bruts de cannes, en dissolvant dans l'eau une certaine quantité de ce sucre, en filtrant la dissolution, et recueillant sur un filtre les matières insolubles, qu'on lave, que l'on fait sécher et que l'on pèse ;

2° A doser l'eau, en opérant la dessiccation sur un poids déterminé de sucre ;

3° A doser les matières colorantes, albumineuses, gommeuses, que l'on précipite par le sous-acétate de plomb, en ayant soin de ne pas l'employer en excès. Le dépôt formé, recueilli sur un filtre, taré, séché, pesé et brûlé, peut établir la proportion des matières organiques qu'il représente.

« Le dosage des sels minéraux, dit M. Péligot, s'exé-
« cute en brûlant 5 ou 10 grammes de sucre dans le moufle
« d'un fourneau d'essai. L'incinération doit être faite d'a-
« bord à une température aussi basse que possible, afin
« d'éviter la fusion des cendres ; lorsqu'elle est presque
« terminée, il faut chauffer davantage, au moins pour les
« cendres fournies par le sucre indigène, qui sont très al-
« calines et très fusibles, et qu'il est difficile d'obtenir blan-
« ches quand elles n'ont pas été maintenues en fusion pen-
« dant un certain temps. »

Enfin, continue M. Péligot, « le sucre peut être dosé au
« moyen du saccharimètre de M. Clerget ; mais les indi-
« cations que fournit cet instrument ne m'ont pas paru,
« en général, plus précises que celles qu'on déduit de la
« simple estimation du sucre par différence, les matières
« dont je viens de parler ayant été dosées directement ».

Les sels minéraux qui existent dans les sucres bruts exercent, sans aucun doute, une influence marquée sur leur rendement en sucre raffiné ; on peut admettre que chaque millième de ces sels s'oppose à la cristallisation de 4 à 5 millièmes, soit 1/2 p. 100 environ de sucre qu'il ren-

ferme, par conséquent, en mélasse. Il y a donc pour le raffineur un grand intérêt à connaître la quantité de sels minéraux contenue dans les sucres qu'il doit traiter, et à en tenir compte dans leur prix d'achat. En effet, un sucre qui contient, par exemple, 1 p. 100 de sels solubles et 94 p. 100 de sucre réel, est plus avantageux à traiter qu'un autre sucre plus riche en apparence, qui renferme 97 p. 100 de sucre et 2 p. 100 de sels.

Le procédé d'incinération des sucres se propagea peu à peu, surtout dans les pays de fabrication du sucre de betterave ; mais il présentait dans l'application certaines difficultés que le Dr Scheibler parvint à faire disparaître.

III.

MÉTHODE SCHEIBLER.

En 1865, le docteur Scheibler a apporté une modification importante au procédé d'incinération des matières sucrées en vue d'en doser les matières salines.

« La méthode ordinaire d'incinération est défectueuse », dit le docteur Scheibler, « surtout par suite des phénomènes que présente le sucre pendant cette opération : le « sucre, en effet, commence bientôt à fondre, se boursoufle ensuite, et donne un charbon compact et brillant « qui ne brûle que fort difficilement. Pour obtenir des « cendres libres de charbon, il ne suffit souvent pas de « chauffer au rouge pendant un espace de temps prolongé ; il faudrait plutôt une température si élevée que « la volatilisation d'une partie des cendres, notamment « des chlorures alcalins, deviendrait inévitable. — De là la « nécessité d'extraire au moyen de l'eau les sels solubles « du charbon de sucre obtenu à basse température, pour « chauffer après au rouge et brûler complètement le résidu charbonneux, qui alors, par suite de l'éloignement « des sels alcalins, se transforme facilement en cendres. « Il faut ensuite réunir l'extrait aqueux de ces cendres,

« évaporer à siccité et chauffer au rouge pour la troisième « fois.

« Les cendres obtenues de cette manière on les désigne « comme cendres ou comme sels ou matières salines du « sucre. Il est clair que la première dénomination est plus « correcte que les deux autres, puisque tous les sels à « acides organiques sont détruits par l'incinération, en « donnant lieu à des carbonates, ou même à des oxydes « purs. Or l'équivalent de l'acide carbonique se trouvant « être de beaucoup inférieur à celui des acides organiques « primitivement contenus dans les sucres, il est clair que « la proportion de cendres obtenues doit toujours être un « peu moindre que la proportion des sels bien véritable- « ment contenus dans le sucre. Il était donc tout naturel « d'essayer une addition d'acide sulfurique avant le « chauffage du sucre ; d'un côté, on pouvait espérer obte- « nir des cendres libres de charbon par une seule opéra- « tion, et de l'autre, le poids des cendres devait s'ap- « procher sensiblement de la quantité originelle des sels « présents. Des essais préliminaires nous ont confirmé « dans cette voie, et nous ont conduit enfin à la méthode « fort simple que voici, et qui permet de faire la détermi- « nation quantitative de cendres dans le plus court es- « pace possible. — Après avoir opéré sur plus de 2,000 « échantillons de sucre, nous pouvons recommander « cette méthode de toute façon.

« On prend une petite capsule en platine à fond plat et « à parois un peu inclinées, avec un petit prolongement « latéral en guise de manchon ; les dimensions pourraient « être de 32 à 38 mill. de diamètre et de 5 mill. de hau- « teur ; on y met une quantité à peu près de $1^{gr},5$ du « sucre en question, pris sur un échantillon un peu grand « qu'on aura eu soin de mêler soigneusement pour ob- « tenir une épreuve représentant la qualité moyenne. — « On pèse exactement et on ajoute 10 à 15 gouttes d'acide « sulfurique pur et concentré au sucre répandu en couche « mince au fond de la capsule.

« On porte ensuite la capsule avec le mélange de sucre

« et d'acide dans un moufle muni d'un tube conducteur « pour le dégagement des vapeurs acides formées, et on « chauffe d'abord lentement, puis plus fortement, jusqu'à « ce que les cendres ne montrent plus de pétillement. On « chauffera le moufle pendant une demi-heure à trois « quarts d'heure; on remarquera que le sucre ne se bour- « soufle que faiblement en dégageant de l'acide sulfureux « et en donnant lieu à un résidu de cendres d'un blanc « éclatant ou un peu rougeâtre par suite de la présence « d'un peu d'oxyde de fer.

« Le poids de la capsule de platine étant connu, une « pesée suffit pour trouver la quantité de cendres obtenues.

« On obtient naturellement les bases des cendres sous « forme de sulfates, ce qui constitue évidemment une « certaine faute, vu que les chlorures, les carbonates, etc., « auront échangé le chlore, l'acide carbonique, etc., « contre l'acide sulfurique. Nous avons déjà dit que, de « cette façon, les résultats trouvés se trouvent être rap- « prochés de la proportion des sels véritables. Cependant « il est clair que les nombres fournis par la nouvelle mé- « thode devront surpasser ceux fournis par l'ancienne « méthode d'opérer. De nombreuses expériences compa- « ratives nous ont démontré que ces deux espèces de « résultats sont toujours dans un rapport presque tout à « fait constant. Nous avons trouvé, en effet, que les nom- « bres de la nouvelle méthode sont de 1/10 plus élevés « que ceux de l'ancienne méthode à trois chauffages, de « manière qu'on peut réduire facilement ceux-là à ces « derniers en multipliant par 0,9 (1) ».

Cette méthode exigeait l'emploi du moufle en terre, pour éviter cette nécessité, quelquefois gênante, « le doc- « teur Scheibler remplace le moufle d'argile par un petit « moufle en tube méplat construit au moyen d'une feuille « de platine, et disposé de sorte à établir un courant d'air « frais sur la matière incandescente.

(1) Dr Scheibler, *Jahresbericht* de Scheibler et Stammer, IV, p. 221. — *Journal des fabricants de sucre*, n° 34, 7 décembre 1865.

« L'appareil est des plus simples et des plus efficaces, « et les dosages de cendres seront désormais dépourvus « de toute difficulté et sans inconvénients (1) ».

La méthode Scheibler était l'application à l'analyse des matières sucrées d'un procédé bien connu dans les opérations de toxicologie : l'emploi de l'acide sulfurique pour détruire les matières animales soupçonnées de contenir des poisons minéraux, et pour faciliter la destruction du charbon dans la calcination.

Elle avait, en outre, l'avantage de hâter l'incinération et de transformer toutes les bases potasse, soude, chaux et magnésie, en sulfates.

Le résidu de l'incinération, pesé, donne le poids des sulfates neutres fournis par les bases contenues, à l'état de sels organiques et inorganiques, dans la matière sucrée analysée. — On traduit ensuite le poids des sulfates en poids correspondant de carbonates, en admettant que 1 de cendres sulfatées correspond à 0,9 de cendres carbonatées. Il suffit donc de multiplier par 0,9 le poids des cendres sulfuriques accusé par l'analyse et de diviser le produit par 1,0, pour obtenir le poids calculé correspondant de cendres carbonatées. Ainsi, si le poids trouvé par l'analyse pour les cendres sulfuriques est de 10, on a

$$10 \times \frac{0,9}{1} = 9,0 \text{ de cendres carbonatées.}$$

Le procédé Scheibler avait pour avantage sur tous les procédés connus, une plus grande rapidité dans son exécution. Il se répandit rapidement dans tous les laboratoires industriels, et surtout en raffinerie, pour l'analyse des sucres bruts, où il fut soumis à des études suivies pour vérifier son exactitude et déterminer les conditions d'expérience dans lesquelles cette exactitude pouvait être obtenue.

M. Émile Monier, chimiste de la raffinerie C. Say, fut

(1) Stammer, Zeitschrift D zur Rubenzuckerindustrie, juin 1867. — *Journal des fabricants de sucre* du 9 août 1867.

un des premiers à appliquer le procédé Scheibler à l'analyse des sucres en France (1).

MM. Boivin et Loiseau, entre autres chimistes, firent diverses séries d'expériences dans le but de répondre avec certitude à ces diverses questions (2) :

« Est-il possible de déterminer exactement le poids des « cendres contenues dans les sucres bruts? La méthode « dite *incinération sulfurique* donne-t-elle des résultats « invariables, comme quelques chimistes l'affirment? ou « bien cette méthode donne-t-elle des résultats aussi in- « constants, comme l'indiquent plusieurs personnes, en « donnant, à l'appui de leurs assertions, les quantités « variables de cendres qu'ont obtenues plusieurs chi- « mistes en analysant les mêmes échantillons de sucre? »

En résumé, il résulte des expériences de MM. Boivin et Loiseau que « l'incinération sulfurique est une méthode « susceptible de fournir des résultats constants, si on opère « la combustion lentement; mais elle peut donner des « résultats extrêmement variables si cette condition n'est « pas remplie. »

On peut ajouter, comme résultat de ces mêmes expériences, que lorsque l'incinération sulfurique a été faite à une température relativement assez faible, la température peut être élevée à la fin de l'opération sans nuire à la précision.

IV.

PERFECTIONNEMENTS APPORTÉS PAR M. DUBRUNFAUT A LA MÉTHODE D'INCINÉRATION SIMPLE.

Les motifs qui avaient déterminé l'adoption générale du procédé d'incinération du D[r] Scheibler étaient surtout la facilité, la rapidité de l'opération et la certitude de la transformation de tous les sels, organiques et morganiques,

(1) *La Saccharimétrie*, par l'abbé Moigno, p. 115.
(2) Boivin et Loiseau, *Journal des fabricants de sucre*, 6 février 1863.

en sulfates, en évitant les pertes qui pouvaient et qui devaient se produire dans l'incinération simple.

En décembre 1870 (1), Dubrunfaut, examinant les inconvénients de la méthode du Dr Scheibler, surtout la valeur du coefficient 0,9 employé dans la transformation des sulfates en carbonates, s'exprime ainsi : « L'acide sulfurique « se trouve dans les essais substitué au chlore des chlo« rures et à l'acide carbonique que donnent les sels orga« niques et les nitrates ; et comme les rapports des sels « organiques et des nitrates et des chlorures sont très va« riables dans les betteraves et les mélasses, et par suite « dans les sucres, il en résulte que le coefficient 0,9 n'est « qu'un moyen terme général qui, dans beaucoup de cas, « peut s'éloigner sensiblement de la vérité, et, à ce titre, « il serait utile de pouvoir exécuter l'incinération sans « l'intervention de l'acide sulfurique, et c'est ce que nous « croyons praticable à l'aide de l'innovation suivante :

« La braise de boulanger, réduite en poudre et addi« tionnée en proportions diverses aux sucres, en favorise « la combustion et l'incinération ; et pour éviter l'entraî« nement des cendres et du charbon pendant la combus« tion, qui est très active, on est obligé de modérer la « température.

« L'addition de la mousse de platine produit un effet « plus remarquable encore, surtout quand on l'ajoute à la « dose de 4 grammes pour 5 grammes de sucre ; il est « utile dans ce cas de chauffer le moufle graduellement et « d'éviter d'élever la température au-dessus du rouge « sombre.

« On sait que l'incinération sulfurique exige la tempé« rature du rouge vif et qu'une incinération de 5 grammes « de sucre ne peut guère se terminer complètement en « moins de deux heures ; avec l'éponge de platine cette in« cinération peut se terminer en dix minutes à la tempé« rature du rouge sombre. Il y aurait donc de ce chef une

(1) Dubrunfaut, *Journal des fabricants de sucre* du 18 décembre 1870.— *Le Sucre*, t. II, p. 395, 1878.

« grande simplification et un grand progrès apportés dans « l'incinération des matières sucrées.

« Nous avons déjà pu faire quelques essais comparatifs « de cette méthode avec les autres méthodes.

« Un sucre brûlé avec l'acide sulfurique a donné, avec « la correction du coefficient 0,9, en cendres, pour 100 « de sucre, 1gr,791 ; le même sucre incinéré avec soin, « sans acide, 1gr,730; ce qui fournit un exemple dé- « monstratif de l'imperfection de la méthode sulfurique.

« Ce sucre incinéré avec l'éponge de platine a donné « 1,724 p. 100, ce qui diffère fort peu de l'incinération « normale, et ce résultat a été obtenu en dix minutes. »

Si, au lieu de prendre le poids du résidu salin ainsi obtenu, on avait recours à la méthode saccharimétrique primitivement employée par Dubrunfaut, qui est certainement plus scientifique que celle des cendres sulfuriques du Dr Scheibler, « les coefficients salins sont alors fournis « par le titre alcalimétrique, traduit en poids d'acide sul- « furique monohydraté.

« Ainsi, dit Dubrunfaut, en prenant pour titre saccha- « rimétrique, d'une mélasse brute de betteraves à sa den- « sité normale de 45° Baumé, 49 p. 100 de sucre, et en « admettant le titre sulfurique correspondant, comme re- « présentant 7 p. 100 d'acide sulfurique monohydraté, on « aurait $\frac{49}{7}$ = soit 7 pour le coefficient de la mélasse en « question. Ce coefficient numérique est semsiblement « double du coefficient salin moyen 3,5, admis pour les « mélasses de fabrique. »

V.

DÉTERMINATION DU COEFFICIENT DE TRANSFORMATION DES SULFATES EN CARBONATES, PAR M. VIOLLETTE.

En mars 1873 (1), M. Viollette publia un mémoire ayant pour titre : ***Sur la constitution des sucres de 3e jet, appréciation de la méthode commerciale d'incinération de ces produits***, dans lequel il établit, comme l'avait déjà fait Dubrunfaut, entre autres résultats, que « la méthode « d'incinération des sucres avec addition d'acide sulfu- « rique, généralement adoptée aujourd'hui, donne un « un poids de cendres supérieur au poids des cendres « réelles des sucres bruts. La différence est d'autant plus « grande que ces cendres sont plus riches en sel de soude « et carbonates alcalins.

« Les cendres des sucres bruts de 3e jet du Nord, dont « il est question dans ce travail, représentent très sensi- « blement les trois quarts du poids des sels existant dans « ces sucres. »

M. Viollette étendit plus tard cette étude à tous les produits de l'industrie sucrière et publia, en octobre 1874, une note ayant pour titre : ***Détermination du rapport des cendres réelles aux cendres sulfatées dans les produits de l'industrie sucrière*** (2).

Je reproduis ici textuellement cette note, en raison de l'importance de la question qu'elle examine, et des observations dont elle sera suivie :

« Dans le mode d'analyse commerciale usité pour fixer « la valeur des sucres, on admet que les 0,9 du poids des « cendres sulfatées représentent très sensiblement le poids « des cendres réelles, c'est-à-dire celui qu'on trouverait « par l'incinération directe de l'échantillon sans addition « d'acide.

« Dans un mémoire sur les sucres bruts, j'ai montré

(1) Viollette, *Journal des fabricants de sucre*, 20 mars 1873.
(2) Viollette, *Journal des fabricants de sucre*, 22 octobre 1874.

« que ce coefficient 0,9 était trop élevé. Dans le travail « que j'ai l'honneur de présenter aujourd'hui à l'Académie, je suis parvenu à déterminer la valeur de ce coefficient pour tous les produits de l'industrie sucrière.

« Le tableau suivant résume mes recherches :

NATURE DU PRODUIT.	CENDRES POUR 100 DU PRODUIT réelles.	sulfatées.	RAPPORT du poids des deux cendres.
I. — *Sucres bruts.*			
1er jet	0,180	0,260	0,692
2e — Très blanc	0,780	0,984	0,792
3e — Très roux	1,620	1,924	0,842
3e — Échantillon moyen de 12 fabriques	3,113	3,780	0,823
3e — Anormal	8,990	10,330	0,870
II. — *Mélasses, densité* 1384.			
1. Degrave	10,023	13,260	0,755
2. Lallouette	11,025	19,606	0,790
3. Baroche	10,315	12,720	0,811
4. Stéene	10,762	13,400	0,803
5. Fiévet	10,860	13,730	0.798
6. — osmosée	10,716	13,750	0,780
7. Gouvion, osmosée	9,632	12,460	0,772
8. *Id.*	7,758	9,570	0,810
9. Eaux d'exosmose du n° 7	20,138	24,830	0,811
III. — *Betteraves, Capelle-Nord.*			
N° 1. — Partie supérieure	0,900	1,060	0,830
— — moyenne	0,920	1,130	0,814
— — inférieure	0,930	1,070	0,870
N° 2. — Partie supérieure, tête	1,020	1,360	0,750
— — — , en dessous de la tête	0,780	0,990	0,791
— — moyenne	0,760	0,930	0,822
— — inférieure	0,796	0,980	0,810
N° 3. — Betterave de Chauny, partie supérieure	0,736	0,897	0,823
N° 3. — Betterave de Chauny, partie moyenne	0,653	0,815	0,803
N° 3. — Betterave de Chauny, partie inférieure	0,681	0,838	0,815
Moyenne des betteraves	0,795	0,967	0,821

« De l'ensemble de mes expériences, je déduis les con-
« clusions suivantes qui les résument :

« 1° Le coefficient 0,9, adopté par l'industrie sucrière « pour l'analyse des sucres, est trop élevé.

« 2° On peut lui substituer avec beaucoup plus d'exac- « titude le coefficient 0,8 applicable aux sucres bruts, « excepté ceux de 1er jet, aux mélasses de toutes provenan- « ces, aux eaux d'exosmose et à la betterave elle-même.

« 3° Pour les sucres très purs, tels que ceux de 1er jet, « la valeur du coefficient est plus faible, elle ne dépasse- « rait pas 0,7 ».

Il résulte bien des nombres renfermés dans le tableau de M. Viollette, que le coefficient 0,9 est trop élevé; mais le coefficient 0,8 proposé pour les sucres bruts est évidemment trop bas; car si l'on en excepte les sucres blancs, pour lesquels le coefficient salin n'est pas employé dans le commerce, tous les nombres fournis dans l'analyse des sucres bruts sont supérieurs au nombre 0,8, et en diffèrent, pour certains sucres, de près de 10 p. 100.

Ce coefficient est également très variable pour les mélasses et pour les betteraves; l'écart pour les betteraves va jusqu'à 16 p. 100.

Malgré ces différences, le coefficient 0,8, proposé par M. Viollette, a été adopté dans l'analyse légale (voir §   ), tandis que le coefficient 0,9 a été conservé dans l'analyse commerciale.

La conséquence la plus positive à tirer des analyses de M. Viollette est que ce coefficient est très variable, et ne présente pas de garanties de précision suffisantes pour convertir avec exactitude le poids des sulfates accusé par l'analyse en poids de carbonates, déduit du calcul.

Or, si cette transformation n'offre pas un degré de certitude suffisant, on peut se demander à quoi bon opérer cette transformation qui n'est qu'une opération de calcul à l'aide d'une base fausse, pourquoi ne pas conserver les nombres résultant directement de l'expérience, c'est-à-dire le poids des sulfates, et prendre ce poids pour base

du rendement mélassimétrique, comme Dubrunfaut l'a proposé à plusieurs reprises.

« On ne comprend pas, dit Dubrunfaut, l'idée malen-
« contreuse des expérimentateurs, qui, après avoir trans-
« formé toutes les bases en sulfates, c'est-à-dire en sels
« bien définis par la nature connue de leur acide, se sont
« avisés de vouloir les transformer en carbonates à l'aide
« du facteur 0,9, qui en réalité n'affecte pas cette trans-
« formation, d'ailleurs inutile à la mélassimétrie (1) ».

Le nombre sulfate représente, en effet, un résultat certain, positif, provenant directement de l'expérience; tandis que la transformation de ce nombre en carbonates a la prétention d'établir une transformation qui n'a plus l'exactitude que l'on trouve dans le nombre résultat de l'expérience.

D'après ce qui précède, l'analyse chimique a donc à sa disposition trois moyens rapides de doser les bases salines contenues dans les matières sucrées, dans le produit de leur incinération.

Soit : 1° L'incinération simple, avec destruction complète du carbone qui transforme tous les sels organiques en carbonates, rendue facile et rapide à l'aide de la mousse de platine, dosage déterminé par le poids des cendres;

2° L'incinération sulfurique avec destruction complète du carbone, dosage déterminé par le poids des bases à l'état de sulfate, ou à l'état de carbonates par la transformation, par le calcul du poids des sulfates en carbonates, au moyen du coefficient 0,8 ou du coefficient 0,9;

3° L'incinération charbonneuse ou simple carbonisation par le titre alcalimétrique du charbon alcalin, soit encore par une analyse plus complète, dosant les bases en combinaison organique dans les matières sucrées, dans le résidu charbonneux; par le titre alcalimétrique soluble, les bases potasse et soude; par le titre alcalimétrique insoluble, les bases chaux et magnésie, ainsi que les sels mi-

(1) Dubrunfaut, *Le Sucre*, tome II, p. 275, 1878.

néraux, sulfates, phosphates et chlorures, par les réactifs et moyens qui seront indiqués plus loin.

Les deux premiers modes de dosage des bases salines indiqués ci-dessus peuvent être utilisés, et sont généralement utilisés, dans les analyses des matières sucrées en cours de fabrication, et particulièrement dans l'analyse commerciale et dans l'analyse légale des sucres bruts.

Mais lorsqu'on se propose une étude plus complète et plus scientifique de ces matières sucrées, il est alors indispensable d'avoir recours au troisième mode d'analyse, qui pénètre beaucoup plus profondément dans la nature intime de ces matières.

Ce dernier mode d'analyse, sans exclure les deux autres, est surtout utile lorsqu'on se propose de nouvelles études en vue de perfectionnements nouveaux dans les procédés de fabrication.

Je donnerai successivement, dans la suite de ce travail, la description pratique de l'incinération sulfurique, méthode Scheibler, et la description pratique de la méthode d'analyse par carbonisation simple, méthode Dubrunfaut.

VI.

Halomètre ou mesureur de sels. — Méthode Weiler.

M. le docteur Weiler, de Prague, a proposé, pour déterminer la quantité de sels contenue dans les matières sucrées, l'emploi d'un instrument qu'il désigne sous le nom de halomètre ou mesureur des sels (1).

Cet instrument n'est autre qu'un aréomètre gradué d'une façon particulière. Il a pour objet la détermination aussi simple que possible de la teneur en sels, aussi bien dans les jus de betteraves que dans les sirops et mélasses.

(1) *Traité de la fabrication et du raffinage du sucre de betterave*, par Walkhoff.

Pour déterminer la teneur en sels (alcalis) dans les jus de betteraves, on prend 200 cent. cubes du jus à analyser; on l'évapore à siccité dans une capsule métallique, et on le chauffe fortement jusqu'à ce que le tout soit transformé en masse charbonneuse. Le charbon obtenu est broyé dans la capsule, délayé dans un peu d'eau, et jeté sur un filtre; on continue ainsi à laver la capsule avec de nouvelle eau que l'on reverse sur le filtre jusqu'à ce que la capsule soit parfaitement nettoyée. On complète le volume du liquide à 200 cent. cubes, c'est-à-dire au même volume que celui du jus employé. Ce liquide est alors refroidi à une température fixe de 17°,5, usitée en Allemagne comme température fixe de comparaison, soit 15° centigrades en France; versé dans une éprouvette, l'on y plonge l'instrument; la lecture de l'échelle divisée donne immédiatement la teneur décimale en alcalis : comme l'intervalle de 2 divisions est de 30 millimètres, et que chaque intervalle est partagé en dixièmes, on a toute la garantie d'une lecture rigoureuse.

Pour déterminer la teneur en sels d'une mélasse on en pèse 50 grammes.

Exemples : 200 cent. cubes de jus de betteraves donnent à l'halomètre 0,85 p. 100 d'alcali; 50 cent. cubes du même jus donnent, par la méthode analytique de l'incinération simple, 0;432 de cendres sans charbon, soit p. 100 grammes 0,864, et ainsi de même pour les mélasses et les sucres bruts.

§ 12.

DOSAGE DES MATIÈRES ORGANIQUES DANS LES MATIÈRES SUCRÉES.

La méthode généralement employée dans tous les laboratoires industriels et commerciaux, pour l'analyse des matières sucrées, dose :

1° L'eau, par dessiccation à l'étuve à 100 ou 110 degrés;

2° Le sucre cristallisable, par le saccharimètre ou par le procédé Barreswil;

3° Les sucres réducteurs, par la méthode cuprique;

4° Les sels, par l'incinération sulfurique, que l'on transforme par le calcul en carbonates par le coefficient 0,9, ou, suivant les indications de M. Viollette, par le coefficient 0,8.

Ces différents nombres réunis, provenant de ces dosages, donnent un total inférieur au poids de la matière soumise à l'analyse.

Le nombre manquant est porté dans le résultat comme représentant les *matières organiques.*

Dans l'analyse commerciale des sucres, ce nombre manquant est désigné sous le nom de *l'inconnu.*

Que ce nombre soit désigné sous le nom de matières organiques ou de l'inconnu, il ne représente qu'un dosage par différence, c'est-à-dire une quantité renfermant toutes les causes d'erreur qui peuvent se rencontrer dans l'analyse, et ces causes d'erreur sont nombreuses, comme on va le voir.

Dubrunfaut a démontré que les bases qui existent dans la mélasse s'y trouvent combinées en assez grande proportion avec l'acide nitrique, et que cet acide ne peut se transformer en acide carbonique qu'aux dépens des matières organiques, dont la quantité se trouve ainsi diminuée (1).

Pour que cette méthode fût exacte, il faudrait admettre que les acides qui saturent les bases dans la mélasse ont un équivalent absolument semblable à celui de l'acide carbonique; or, cette supposition n'est pas admissible. En effet, M. le professeur Landolff, de l'Université de Bonn, a cherché à déterminer le poids et la nature des acides végétaux qui pouvaient être combinés aux bases dans les sucres bruts de betterave, et voici la manière dont il procéda :

« 1 kilog. de solution eencentrée de sucre brut fut pré-
« cipitée par le sous-acétate de plomb, puis le précipité

(1) Dubrunfaut, *Journal des fabricants de sucre*, octobre 1867. — *L'Osmose*, p. 55, 1873.

« obtenu fut décomposé par l'acide hydrosulfurique. La « substance ainsi obtenue en dissolution, représentant les « acides organiques du sirop, fut neutralisée par la po- « tasse pure, décolorée par le noir animal, et enfin éva- « porée au bain-marie. Il en résulta une masse cristalline « jaunâtre donnant les réactions de l'acide oxalique, de « l'acide citrique et de l'acide malique. On peut, sans « grande erreur, regarder ce résidu comme les sels à « acides organiques du sirop soumis à ce procédé. L'in- « cinération transforme ces sels en carbonate de potasse, « dont le poids, comparé au poids des cendres que don- « naient les mêmes sucres, démontra qu'en moyenne les « sels organiques des sucres bruts et des mélasses « donnent, par l'incinération, la moitié de leur poids en « carbonate alcalin.

« On peut donc obtenir approximativement la propor- « tion des sels contenus dans un sucre donné en multi- « pliant par le coefficient 2, la proportion de cendres « trouvée par l'incinération (1). »

On voit, par cet exemple, que les acides végétaux précipitables par le sous-acétate de plomb, comptés comme carbonates, occasionnent une erreur de 50 p. 100 de leur poids dans le dosage des matières organiques.

Cette erreur se trouve augmentée encore par la présence dans les sucres, et surtout dans les mélasses, d'autres acides ayant un équivalent beaucoup plus élevé que celui de l'acide carbonique.

Ainsi il existe, dans les mélasses, dans beaucoup de cas :

Du chlorure de potassium,
Du sulfate de potasse,
Du nitrate de potasse,
Du phosphate de potasse, de chaux, etc.,
Des glucates,
Des apoglucates,

(1) Landolff, Rapport sur les essais de raffinage du sucre de betterave, à Cologne, *Journal des fabricants de sucre* du 16 avril 1868.

Des mélassates,
Des métapectates,
Des aspartates.

En comparant l'équivalent des acides faisant partie de ces différentes combinaisons salines, avec l'équivalent de l'acide carbonique, on trouve :

Pour l'équivalent de l'acide carbonique dans les carbonates..	$CO^2 =$ 275,00
— du chlore dans les chlorures.	$Cl =$ 443,20
— de l'acide sulfurique dans les sulfates.................	$SO^3 =$ 500,00
— de l'acide nitrique dans les nitrates................	$Az\,O^5 =$ 675,00
— de l'acide phosphorique....	$Ph\,O^5 =$ 900,00
— de l'acide glucique dans les glucates...............	$C^{12}\,H^8\,O^8 =$ 1800,00
— de l'acide apoglucique dans les apoglucates...........	$C^{18}\,H^9\,O^9 =$ 2362,00
— de l'acide mélassique dans les mélassates...........	$C^{24}\,H^{12}\,O^{10} =$ 2950,00
— de l'acide métapectique dans les métapectates.........	$C^8\,H^5\,O^7 =$ 1362,50
— de l'acide aspartique dans les aspartates..............	$C^4\,H^7\,Az\,O^4 =$ 962,50

Il résulte de ces nombres que tous les acides inorganiques et organiques, combinés aux bases dans les mélasses, ont un équivalent beaucoup plus élevé, pour certains acides organiques; cet équivalent est jusqu'à 10 fois plus élevé que celui de l'acide carbonique, de telle sorte que ce que les chimistes désignent sous le nom de matières organiques, n'est autre, au moins pour la plus grande partie, que des acides à équivalents élevés combinés à des bases, c'est-à-dire des acides organiques.

En présence de ces nombres on est beaucoup plus près de la vérité en affirmant, comme l'admet Dubrunfaut, qu'il n'existe, dans les mélasses de fabrique et de raffi-

nerie de sucre de betterave, que du sucre et des sels, que d'admettre une quantité de matières organiques indéterminées, s'élevant, dans certaines mélasses, jusqu'à 15 p. 100 de leur poids.

Dans ces dernières années, Dubrunfaut, pour satisfaire aux besoins de son procédé d'analyse osmotique, a imaginé une méthode qui pénètre plus profondément dans la composition intime de la mélasse, et qui présente, en même temps, un grand degré d'utilité pratique dans l'osmose. Cette méthode va être sommairement indiquée dans le paragraphe suivant.

§ 13.

MÉTHODE D'ANALYSE DUBRUNFAUT AYANT POUR BUT DE DÉTERMINER L'ÉQUIVALENT RELATIF DES ACIDES COMBINÉS AUX BASES DANS LES MATIÈRES SUCRÉES ET PARTICULIÈREMENT DANS LA MELASSE.

La méthode recommandée par Dubrunfaut (1) pour déterminer approximativement l'équivalent relatif des acides combinés aux bases, considérés dans leur ensemble, existant dans les matières sucrées, et particulièrement dans la mélasse, repose sur les données suivantes :

1° On détermine la quantité de matière sèche par dessiccation de la matière sucrée à analyser, soit par exemple la mélasse de betteraves.

2° On détermine la quantité de sucre par rotation.

3° On détermine la quantité de matières étrangères au sucre en retranchant de la matière sèche la quantité de sucre constatée par rotation ; ces matières étrangères n'étant autres que des sels à acides inorganiques et organiques à base de potasse, de soude, de chaux et de magnésie.

4° On détermine la quantité de ces bases réunies par le moyen suivant :

(1) Dubrunfaut, 7e bulletin de l'Osmose, *Journal des fabricants de sucre*, 15 juin 1875. — *Le Sucre*, tome II, p. 265, 1878.

On dissout les cendres sulfuriques, après les avoir pesées, dans de l'eau aiguisée d'acide nitrique, et l'on constate la quantité d'acide sulfurique anhydre (SO^3) qu'elles contiennent en le transformant en sulfate. Le poids trouvé déduit du poids des cendres sulfuriques donne le poids des bases.

On peut obtenir le poids des bases d'une manière moins exacte, mais suffisamment approximative, par le moyen suivant, reconnu expérimentalement par Dubrunfaut, et résultant d'un grand nombre d'analyses, que les cendres sulfuriques pesées à l'état de sulfate, telles que les donne directement l'expérience, contiennent, en moyenne, la moitié de leur poids d'acide anhydre, et, par suite, la moitié de leur poids de ces bases réunies. On détermine le poids de ces bases en prenant la moitié du poids des cendres sulfuriques accusées par l'analyse.

5° On détermine la quantité d'acides organiques et inorganiques réunis, en retranchant du poids des sulfates la quantité de bases indiquées par la méthode numéro 4 ; le nombre restant représente la quantité d'acides organiques et inorganiques en combinaison avec ces bases.

6° En établissant, par le calcul, le rapport des acides aux bases, en prenant comme point de comparaison l'unité des bases, on obtient ainsi un nombre proportionnel à l'équivalent de tous les acides réunis.

L'application de cette méthode à l'analyse des mélasses permet de préjuger le point de perfection avec lequel ces mélasses subiront l'analyse osmotique et les résultats que l'on pourra en obtenir, c'est-à-dire la quantité de sucre qu'elles fourniront par suite de l'application de l'osmose.

En effet, l'expérience a établi que plus l'équivalent des acides réunis était élevé, moins les sels qu'ils formaient étaient diffusibles et plus rebelles à l'osmose ; par contre, moins l'équivalent des acides était élevé, plus l'osmose pouvait être profonde et le rendement en sucre plus élevé.

L'application de cette méthode permet également d'apprécier, par l'analyse des sirops et mélasses, la valeur du travail de la fabrication. Les acides à équivalent élevé

étant le résultat d'altérations produites dans les jus et sirops pendant la fabrication, comme je le démontrerai dans la suite, il en résulte que plus les acides contenus dans la mélasse auront un équivalent faible, plus le travail de la fabrication sera parfait.

La même méthode, appliquée à l'analyse des jus de betteraves, fera connaître les jus qui donneront un travail facile, et ceux, au contraire, dont le travail sera plus difficile.

Je décrirai plus loin l'application de cette méthode à l'analyse des matières sucrées en cours de travail dans la fabrication et le raffinage des sucres de betterave et de canne.

CHAPITRE III.

De l'analyse commerciale et de l'analyse légale des sucres bruts.

Au point où cette étude en est arrivée, il sera facile de comprendre, sans beaucoup de détails, la pratique de l'analyse employée par les chimistes-essayeurs du commerce pour déterminer le rendement commercial des sucres au raffinage, et les différences que présente la méthode d'analyse employée par les chimistes de l'État pour déterminer le rendement légal des sucres pour la perception des droits.

Mais avant d'aborder ces deux questions, il est nécessaire de faire connaître, surtout au point de vue historique, un procédé proposé par Payen en 1846, pour déterminer le rendement des sucres bruts au raffinage.

Le procédé Payen fut appliqué en France dans plusieurs raffineries, puis abandonné pour la méthode mélassimétrique.

Depuis quelques années, le procédé Payen a été repris et perfectionné par le Dr Scheibler, et repris de nouveau et perfectionné par le Dr Gunning, d'Amsterdam.

Le bruit qui s'est fait autour de ces procédés oblige à leur réserver une place spéciale, et cette place paraît toute marquée à la suite des paragraphes précédents, comme une introduction à l'analyse commerciale et à l'analyse légale, telles qu'elles sont pratiquées en ce moment en France.

§ 14.

1° PROCÉDÉ PAYEN. — ESSAI DES SUCRES BRUTS PAR L'ALCOOL SATURÉ DE SUCRE.

Le procédé d'analyse des sucres bruts au point de vue de leur rendement au raffinage, proposé par M. Payen, est fondé sur ce fait qu'une dissolution de sucre pur dans

l'alcool complètement saturé, mise en contact du sucre brut, dissout seulement la mélasse sans dissoudre le sucre.

Le résidu de ce traitement, c'est-à-dire le sucre pur, recueilli sur un filtre, est séché et pesé; son poids indique le sucre pur contenu dans la quantité de sucre brut soumis à l'analyse.

La dissolution alcoolique saturée de sucre pur, c'est-à-dire la liqueur d'essai du procédé Payen, est composée de la manière suivante :

Alcool à 85°.............	1000 cent. cubes.
Acide acétique à 8°.......	50 —
Sucre blanc sec et pulvérisé.	50 grammes.

On maintient le tout à 12° centigrades, en agitant de temps en temps; au bout de quelques heures, le liquide est complètement saturé de sucre, et peut être employé à l'analyse des échantillons de sucre brut.

A cet effet, on pèse exactement 10 grammes de sucre brut à analyser, que l'on pile dans un mortier sans détruire les cristaux; on les introduit avec 10 cent. cubes d'alcool absolu dans un tube de $0^{m},30$ de longueur et environ 15 mill. de diamètre; après une courte agitation on laisse déposer les cristaux; l'alcool surnageant s'est emparé de l'humidité du sucre brut, on le décante avec soin.

On verse ensuite dans le tube 50 cent. cubes de la liqueur d'essai, on agite pour faciliter dans toute la masse la dissolution des matières étrangères, enfin on laisse reposer le tout et l'on décante comme lors du premier traitement.

Cette opération peut être répétée une deuxième et une troisième fois.

Lorsque l'épuisement des cristaux paraît complet, on enlève le liquide sucré que ceux-ci retiennent encore, par un ou deux lavages avec de l'alcool à 96 degrés, dans lequel le sucre de canne est à peine soluble; puis on sèche le résidu et on le pèse. Le poids trouvé indique le

rendement du sucre au raffinage correspondant à 10 grammes, et il suffit d'ajouter un zéro au nombre trouvé pour avoir le rendement pour 100.

Ce procédé, que Payen avait fait connaître (1) en 1846, fut immédiatement essayé et pratiqué dans diverses sucreries, et surtout raffineries. Voici l'appréciation qu'en fait M. Bâlard, en avril 1848, dans son rapport sur le concours relatif à la saccharimétrie devant la Société d'encouragement (2) :

« Les services que le commerce des sucres tire déjà du « mode d'essai que M. Payen a fait connaître sont ap« préciés par tous les fabricants. Ce mode consiste, vous « le savez, en une application heureuse, à l'essai des « sucres, de ces méthodes de lavages dans des dissolu« tions saturées, dont l'essai des salpêtres avait déjà tiré « parti ; le procédé est entré dans la pratique, *il n'en « sortira pas*. Le fabricant l'emploie avec plaisir, parce « qu'il le comprend ; il n'y perd pas, en quelque sorte, le « sucre de vue ; il en apprécie les qualités physiques et « constate la consistance et le mode de dilution, dans la « dissolution sucrée, des matières étrangères associées au « sucre lui-même. Ces propriétés sont liées trop intime« ment à la manière dont le sucre se comporte au raffi« nage, ainsi qu'au rendement probable, pour que le raf« fineur renonce à employer ce procédé, ne fût-ce que « comme complément de méthodes saccharimétriques plus « rigoureuses. Mais on conçoit que cette méthode sacchari« métrique, qui n'est, en quelque sorte, qu'un raffinage « en petit, ne peut s'appliquer à l'essai de ces dissolutions « sucrées dont le fabricant et l'Administration ont si sou« vent à apprécier la teneur en sucre. »

Les prévisions de Bâlard sur la nécessité et la durée du procédé Payen ne se réalisèrent pas. Après avoir été longtemps employé, surtout en raffinerie, il fut remplacé 15 à 18 ans plus tard par la mélassimétrie et le coefficient salin de Dubrunfaut.

(1) *Bulletin de la Société d'encouragement*, p. 146, 1846.
(2) *Bulletin de la Société d'encouragement*, avril 1848.

Voici en quels termes M. Pezier, qui avait longtemps utilisé le procédé Payen dans la raffinerie de Numa Grar, à Valenciennes, témoigne ses regrets de l'abandon de ce procédé (1).

« Je ne comprends pas, du reste, la prétention d'appli-« quer invariablement aux cours des sucres les résultats « d'une expérience de cette nature (2), qui est loin de « fournir tous les éléments d'appréciation utiles. Pendant « une dizaine d'années, jusqu'en 1855, chimiste de la « raffinerie Numa Grar et C[e], je me suis occupé journel-« lement des essais de sucres, ces opérations ayant pour « but de renseigner sur les produits les plus avantageux « à acquérir sans servir à imposer le chiffre de leur va-« leur.

« Aujourd'hui on paraît n'avoir égard ni au volume du « grain, ni à la sécheresse, qui assurent la conservation « en entrepôt, ni à la présence du sucre incristallisable, « ni à la faculté de blanchir, et pourtant l'on doit savoir, « sous ce dernier rapport important, que des ***vergeoises***, « réfractaires à l'action du noir, ne sont pas plus chargées « de cendres que des sucres d'un ***travail facile*** et d'un « ***titre saccharimétrique égal***, qu'à la même richesse sac-« charine les bas produits d'usine donnent des raffinés de « teintes qui les déprécient.

« La question est très complexe, à mon sens, et ne peut « être résolue que par l'introduction des éléments divers « que je me permets de signaler. C'est ainsi qu'agissait « N. Grar, par appréciation des différentes données que « je lui fournissais. Le procédé Payen, rendu exact par « des modifications que j'y avais introduites, était notre « principal critérium. Le laboratoire s'accordait avec le « rendement industriel; mais, je le répète, cet essai seul « était insuffisant pour servir de base indiscutable à l'éta-« blissement des factures. »

Cependant le procédé Payen ne devait pas disparaître

(1) Pezier, *la Sucrerie indigène*, tome II, p. 1847, 1867.
(2) Analyse sumélassimétrique du sucre brut.

ainsi. En 1869, la Société des fabricants de sucre du Zollverein proposa un prix de 1000 thalers (3,750 francs) pour un procédé d'analyse des sucres bruts déterminant leur rendement au raffinage, et en 1872 le prix fut décerné au procédé Payen, sous le nom et au profit du docteur Scheibler.

Il est très instructif, au point de vue historique surtout, de bien constater la part de chacun de ces inventeurs, Payen et Scheibler, dans la découverte de ce procédé.

Le meilleur moyen de faire connaître la vérité dans l'histoire de l'industrie, aussi bien que dans l'histoire de la science pure, est de recourir aux textes mêmes, et de les citer; les commentaires en sont inutiles.

Le mémoire du docteur Scheibler porte pour titre :

« ***Nouveau procédé de détermination directe de la*** « ***teneur du sucre brut en sucre raffiné.***

« Procédé de détermination immédiate de la teneur des « sucres bruts en sucre cristallisé, au moyen d'un lavage « avec des solutions neutres de sucre dans l'alcool, sa- « turées d'un acide.

« Le procédé en question », dit le docteur Scheibler, « n'est pas nouveau, quant au fond; car il a déjà été « publié, quoique d'une façon imparfaite, par Payen, en « 1846, dans le ***Moniteur industriel***, n° 1013, et se trouve « également décrit dans le ***Journal de Dingler***, de la « même année, vol. 100, page 127.

« Il repose sur le principe consistant à traiter les pro- « duits sucrés par une dissolution saturée de sucre, dans « l'alcool réduit par l'acide acétique; cette solution dis- « sout et élimine les éléments d'impureté des produits « sans nullement agir sur les parties cristallisables.

« Le procédé, tel qu'il est formulé par Payen, n'a pu « prendre droit de cité dans la chimie de l'industrie su- « crière; du moins je ne sache pas qu'il ait reçu quelque « application, et les archives scientifiques ne font, à ma « connaissance, aucune mention de recherches ou de « résultats produits à cet égard.

« La description du procédé selon Payen, faite et

« remémorée occasionnellement par moi dans une réunion « générale des fabricants de sucre en l'année 1866 (voir « le *Zeitschrift*, vol. XVI, p. 403), n'a pas davantage « contribué à solliciter l'attention des industriels sur ce « point. Dans les années précédentes, j'ai fait, à diverses « reprises, des essais relativement à ce procédé; je n'ai « eu que des résultats négatifs, et il a fallu que les expé- « riences d'autrui aient eu le même sort, à en juger par « l'oubli dans lequel est resté le procédé, dont personne, « depuis, n'a fait ressortir l'importance.

« La question de concours, proposée par l'Association, « me remit le procédé en mémoire, et me donna l'occa- « sion d'y consacrer une étude plus approfondie; ma « préoccupation principale a été de bien reconnaître et de « chercher à éviter les sources d'erreur de ce procédé. « Le principe sur lequel il repose, principe que Payen « avait emprunté à la méthode d'essai du nitrate de po- « tasse, depuis longtemps en usage dans les fabriques de « poudre à tirer, est parfaitement rationnel. Il ne s'agis- « sait donc plus, à mon avis, que de lui donner une appli- « cation à l'abri de toute source d'erreur.

« Or, comme enseignement principal résultant de mes « travaux comparatifs sur ce procédé, je trouve qu'il est « nécessaire de traiter, de laver successivement, par dif- « férentes solutions, les sucres soumis à l'expérience, de « veiller à ce que ces solutions soient saturées de sucre, « à ce que cette saturation se maintienne pendant les « essais; à ce que les solutions alcooliques soient empê- « chées d'absorber de la vapeur d'eau atmosphérique ou « de perdre de leur alcool par évaporation; toutes condi- « tions que je n'ai pas eu de difficultés à remplir. C'est « pour ces motifs que j'ai évité le filtrage et le lavage des « cristaux de sucre purifiés sur un filtre pesé; opérations « très sujettes à de sensibles erreurs, que j'ai remplacées « en opérant tout le temps en vase clos.

« De l'exposé des détails de la méthode à laquelle j'ai « apporté des modifications esséntielles, ressortira mieux « que de toute autre manière le caractère distinctif de

« *ma méthode, ainsi que la valeur de ses avantages sur* « *celle de M. Payen.* Je tiens dès maintenant à faire re- « marquer que je suis au plus haut degré étonné et satis- « fait de l'extrême précision des résultats obtenus par « cette méthode ainsi modifiée, persuadé qu'on trouvera « peu de méthodes d'investigation et d'analyse d'une ap- « plication aussi facile et rapide et d'une précision aussi « sûre (1). »

On doit tenir compte au docteur Scheibler d'avoir parfaitement établi l'historique du procédé et d'en avoir fait remonter l'origine jusqu'à Payen ; mais les faibles changements qu'il y a apportés ne l'autorisaient peut-être pas suffisamment à le désigner sous le nom de « *ma méthode* », en opposition avec la méthode de Payen, alors même que ces deux méthodes étaient basées sur les mêmes principes, employaient les mêmes moyens, les mêmes appareils, pratiquaient les mêmes manipulations. Cette méthode fut longuement et minutieusement décrite et fut suivie de divers travaux publiés successivement, l'un par le docteur Bodenbender (2), l'autre par le docteur Kohlbausch (3).

Ces divers travaux n'ajouteront rien à ce que l'on savait déjà, que le résidu du lavage du sucre brut par l'alcool acidifié avec l'acide acétique, qui devait donner le sucre pur, et, par suite, le rendement en sucre pur au raffinage, n'était pas pur ; qu'il contenait non seulement les matières insolubles à l'état de mélange dans les sucres bruts, tels que sables, débris et autres, mais encore des sels insolubles dans l'alcool, tels que sulfates de potasse, de chaux, carbonates de chaux, carbonates alcalins, chlorures alcalins, alumine.

Il est vrai que pour les matières insolubles, quand le cas se présentait, le docteur Scheibler recommandait un essai au saccharimètre pour déterminer la quantité de

(1) Stammer, *Journal des fabricants de sucre*, des 8, 15 et 29 août 1872.

(2) Bodenbender, *Journal des fabricants de sucre*, des 12 et 19 septembre 1872.

(3) Kohlbausch, *Journal des fabricants de sucre*, des 3 et 10 octobre 1872.

sucre contenue dans le résidu, et que, quant aux sels solubles, leur présence n'était pas nuisible, puisque, comme il l'avait démontré antérieurement, ces sels n'étaient pas mélassigènes.

Cette publicité donnée aux présentations du docteur Scheibler provoqua une réclamation des droits de Payen, dont M. Commerson prit l'initiative en ces termes :

« L'indifférence seule semble avoir accueilli en France « les longs articles de MM. Scheibler, Bodenbender et Kolh- « bausch, sur le nouveau procédé de la détermination du « rendement des sucres au raffinage. Je crois pourtant « que les chimistes français ne doivent pas par leur silence « paraître accepter tous ces articles, et surtout la phrase « qui termine l'étude de M. Bodenbender. Voici donc mon « avis :

« Le procédé couronné en Allemagne sous le nom de « procédé Scheibler est identiquement le procédé Payen. « Les modifications apportées par M. Scheibler ne sont « que des modifications de détails, et auraient été em- « ployées par quiconque aurait voulu se servir de ce pro- « cédé; nous devons donc continuer à l'appeler procédé « Payen. Malgré ou plutôt même en raison de tous ces « perfectionnements, il est très long, très minutieux et « sujet à beaucoup plus de causes d'erreurs que le pro- « cédé français (détermination du sucre par le sacchari- « mètre, de l'eau par dessiccation, des cendres par inciné- « ration, des matières organiques par différence). La seule « chose que peut revendiquer M. Scheibler est le principe « suivant, qui sert de base à sa méthode :

« ***Les impuretés restant dans le sucre lavé ne sont pas « mélassigènes.***

« Or ce principe est, à mon avis, complètement faux. « J'ai été à même de suivre longtemps le raffinage de « sucres bruts, 2e et 3e jets, turbinés à la vapeur, et, par « suite, plus énergiquement lavés qu'ils ne l'auraient été « par des lavages à l'alcool et au sirop saturé ; ces sucres « restent gris ou rouges; quoique parfaitement secs, ils « contiennent jusqu'à 1,50 de sels et 1 de matières orga-

« niques ; ils se travaillent très difficilement, et au lieu
« d'en retirer 97,50 de raffiné, comme le promet le principe Scheibler, on en obtient, avec beaucoup de travail
« et de soin, 92 à 93 de blanc.

« On comprend du reste comment ces impuretés, se
« trouvant disséminées dans un milieu relativement riche
« en sucre, ont pu être englobées mécaniquement par les
« molécules de sucre se réunissant en cristaux par couches
« successives, et comment ces mêmes impuretés, réunies
« par suite des travaux de la raffinerie dans un milieu
« moins riche, empêchent toute cristallisation.

« La vérité, c'est qu'il fallait aux Allemands un procédé
« allemand ; c'est que, sans établir de comparaison, ils ne
« veulent pas de notre coefficient, comme ils ne veulent
« pas de notre système métrique. Ils n'ont trouvé, malgré
« toutes les recherches de savants éminents, que le vieux
« procédé français de M. Payen, et ils l'ont couronné sous
« le nom de procédé Scheibler.

« Malheureusement, M. Payen vient de mourir, et ses
« élèves seuls peuvent protester.

« Il se pourrait bien, maintenant que le procédé allemand a été solennellement reconnu supérieur au procédé français, qu'il soit laissé de côté, même en Allemagne ; je sais d'une façon certaine qu'un des chimistes
« de ce pays les plus connus dans l'industrie sucrière
« est loin de considérer le principe Scheibler comme vrai,
« et continue à se servir des anciennes méthodes (1).

M. Dubrunfaut donna, dans les termes suivants, son approbation à la revendication et à la critique de M. Commerson :

« Nous nous associons de grand cœur à la critique juste
« et modérée que M. Commerson a publiée dans ces colonnes sur le procédé saccharimétrique de M. Payen,
« que le docteur Scheibler s'est approprié dans un but mal

(1) MM. L. Paret, Desfontaines et Petitjean, ingénieurs des arts et manufactures, connaissant par expérience personnelle les travaux de laboratoire et de raffinerie, ont déclaré approuver le contenu de la lettre de M. Commerson (*Journal des fabricants de sucre*, octobre 1872).

« déguisé, et qui se rattache évidemment aux théories « malsaines que nous discutons en ce moment (théorie des « mélassigénistes).

« Le procédé Payen a été pratiqué en France avec « succès dans plusieurs raffineries, et notamment chez « Grar, à Valenciennes, avant que la méthode saline fût « acceptée ; mais si l'on admet avec nous que les mélasses « ne sont formées que de sucre et de sels à bases alca- « lines, l'analyse saline actuelle suffit à tous les besoins « de l'industrie et du commerce pour l'analyse des sucres, « sirops ou mélasses de betteraves, sans qu'il soit néces- « saire de lui substituer, au nom et sous l'autorité fort « contestable de la société du Zollverein, des procédés « plus compliqués qui ne valent pas mieux. »

Un autre chimiste, M. Lissa, également élève de Payen, vint protester contre les prétentions du docteur Scheibler, et, pour établir l'identité des deux procédés, il mit en regard, dans deux colonnes séparées, les moyens employés par Payen et par le docteur Scheibler, qui résument ainsi en quelques lignes les deux procédés, avec leurs ressemblances et leurs différences, soit :

Procédé Payen.	*Procédé Scheibler.*
Liqueur d'épreuve saturée de sucre.	Liqueur d'épreuve saturée de sucre.
1 litre alcool à 88° + 50 cent. cub. acide acétique à 7° Baumé.	1 litre alcool à 85° ou 86° + 50 cent. cub. acide acétique fort.
Manipulation.	Manipulation.
Lavage à l'alcool absolu.	Lavage à l'alcool absolu.
	Lavage à l'alcool à 96° saturé de sucre.
	Lavage à l'alcool à 92° saturé d sucre.
Lavage avec la solution acétique.	Lavage avec la solution acétique.
	Lavage à l'alcool à 92° cent.
	Lavage à l'alcool à 96° cent.
Lavage à l'alcool à 98° cent.	Lavage à l'alcool absolu.
Dessiccation.	Dessiccation.

« Quelle différence trouve donc M. Scheibler entre les « deux procédés ?

« Il y a, il est vrai, des lavages multipliés; mais ces la-
« vages ne peuvent pas constituer un procédé nouveau,
« attendu que ce ne sont que de simples précautions que
« prendrait tout chimiste qui voudrait opérer par ce pro-
« cédé; et il en est de même de toutes les autres précau-
« recommandées par le docteur Scheibler (1). »

La lettre de M. Commerson amena une réponse du docteur Scheibler (2), dans laquelle, à une discussion purement scientifique et technique, furent mêlées des allusions blessantes à la guerre de 1870, qui provoquèrent une vive réplique de M. Maumené et de M. Commerson, et ne purent que passionner le débat (3).

Il est inutile aujourd'hui d'entrer dans les détails de cette discussion, qui n'amena dans la question aucun argument nouveau.

Dans une réunion des fabricants de sucre de l'Autriche-Hongrie, des 14 et 15 mai 1874, le Dr Kolhrausch a fait sur le procédé Payen-Scheibler les observations suivantes, qui résument les données pratiques obtenues de l'application de ce procédé depuis sa recommandation, c'est-à-dire depuis environ deux années.

Le Dr Scheibler a simplifié son appareil; il lave le sucre dans 100 cent. cubes, et ensuite polarise le sucre sans mesurage intermédiaire.

Plus tard, il a encore simplifié le procédé en ce qu'il n'emploie plus l'instrument de polarisation après lavage, mais détermine la valeur du sucre à l'aide de l'aréomètre.

Il emploie de l'acide chlorhydrique alcoolisé au lieu

(1) Le procédé Payen se trouve décrit dans le *Traité de chimie industrielle* de Payen, 5e édition, tome II, p. 328; dans le *Guide pour l'analyse des sucres*, de M. Monier; dans la *Saccharimétrie optique, chimique et melassimétrique*, 1869, de l'abbé Moigno.

Le procédé Payen a été employé, à notre connaissance, dans les raffineries de MM. Grar, à Valenciennes; Gracy frères, à Corbehem; Crespel-Delisse, à Arras.

Dureau, *Journal des fabricants de sucre*, de mars 1873.

(2) Dr Scheibler, *Journal des fabricants de sucre*, 20 février 1873.

(3) Commerson, Mauméné, *Journal des fabricants de sucre*, 27 février 1873.

d'acide acétique ; on obtient ainsi un sucre plus blanc et plus débarrassé de sels.

M. Lotmann, d'Amsterdam, a recommandé de préférence l'acide sulfurique alcoolisé, qui donne encore moins de sels dans le sucre insoluble.

« Le procédé Scheibler, dit M. Kolhrausch, donne un « résultat scientifiquement et rigoureusement juste; mais « la connaissance des nombres obtenus par ce procédé « avec *précision suffit-elle, en raffinerie, pour savoir* « *quelle est la valeur du sucre brut?* » Ce qui va suivre répond suffisamment à cette question.

Dans les conférences internationales qui eurent lieu dans l'année 1875, en vue du renouvellement de la convention sucrière de 1864, entre l'Angleterre, la Belgique, la Hollande et la France, dans laquelle chaque commissaire apporta le procédé mélassimétrique qui lui paraissait devoir être préféré, M. Gunning, professeur de chimie à l'Athénée d'Amsterdam, commissaire délégué pour la Hollande, proposa le procédé Payen-Scheibler, devenu, par quelques modifications nouvelles, le procédé Payen-Scheibler-Gunning.

« Les modifications apportées par le Dr Gunning, » dit M. A. Girard dans son rapport au Ministre de l'agriculture et du commerce (1) « à la méthode Payen-Scheibler « portent principalement sur le fond, et pour certains dé- « tails seulement sur la forme.

« Nous nous attacherons d'abord à montrer en quoi ces « deux méthodes diffèrent par le fond. M. Scheibler prend « le titre polarimétrique du sucre brut, le débarrasse par « le lavage des impuretés qu'il contient, et considère le « résidu de ce lavage comme représentant, *par son poids*, « le rendement théorique auquel doit aboutir l'opération

(1) Rapport à Son Excellence le Ministre de l'agriculture et du commerce sur les procédés saccharimétriques et le rendement des sucres bruts au raffinages. — Commission composée de MM. Bardy, V. de Luynes. A. Girard et A. Riche. — Rapporteur, M. A. Girard.
Journal *le Sucre*, 24 octobre 1876.

« du raffinage. Par précaution, et afin de tenir compte « des impuretés dont le lavage laisse ces sucres imprégnés, il soumet le résidu à un second titrage polarimétrique, et, à l'aide de cette seconde opération comparée « à la première, il modifie le chiffre de rendement que le « lavage lui a fourni; c'est, on le voit, un essai de raffinage méthodique en petit.

« M. le Dr Gunning se place à un point de vue beaucoup plus simple ; il prend le poids de sucre qu'exige « l'essai polarimétrique, le lavage avec les liqueurs précédemment indiquées; puis, sans peser le résidu qu'a « laissé entre ses mains le lavage de la pesée primitive, il « en détermine la richesse au polarimètre, et c'est le chiffre « de richesse ainsi constatée qui, pour lui, représente le « rendement théorique au raffinage.

« C'est sur le principe même invoqué par M. le Dr Scheibler que s'appuie, on le voit, M. le Dr Gunning. Pour « lui, comme pour ce savant, les substances modificatrices « du sucre cristallisable ont dans le sucre brut épuisé leur « action ; ce qui revient à dire qu'un sucre brut ne peut, « à partir du moment où il sort de la sucrerie, se modifier « spontanément. Partant de ce principe, notre savant confrère enlève au sucre brut, autant que possible, par le « lavage, les matières autres que le cristallisé, prend le « titre polarimétrique du résidu, et considère ce titre, qui « n'est autre, en somme, que le poids du sucre préexistant à l'état cristallisé dans le brut, comme représentant « le rendement théorique au raffinage.

« La méthode du Dr Gunning, comme d'ailleurs il l'indique lui-même, ne saurait donc donner une idée exacte « du rendement pratique que si les résultats étaient affectés d'un coefficient; mais, dans ce cas, de même que « dans la méthode Scheibler, les éléments nécessaires à la « fixation de ce coefficient manquent, puisque ici encore « c'est la substance modifiable (le sucre) qui seule est dosée, et que la proportion des substances ne se trouve « pas fixée par l'analyse. »

Avant d'arriver à cette conclusion du rapport, « MM. de

« Luynes et A. Girard se sont livrés à l'essai, par le pro-
« cédé Payen-Scheibler, d'un grand nombre de sucres
« bruts de provenance et de richesse différentes, en se
« conformant rigoureusement aux prescriptions recom-
« mandées par le Dr Scheibler, tant en ce qui regarde la
« disposition des appareils que l'ordre et le temps assigné
« à chaque opération. »

Je reproduis les tableaux suivants, donnant les résultats obtenus par MM. de Luynes et A. Girard, et portant définitivement la lumière sur un procédé deux fois ressuscité, qui ne méritait guère tout le bruit qui a été fait autour de lui, afin que dans l'avenir aucun chimiste ne soit tenté d'en opérer une troisième résurrection.

TABLEAUX

DONNANT LES RÉSULTATS OBTENUS

Par MM. de Luynes et Girard.

NATURE DES SUCRES classés d'après le système des types.	PREMIER TITRE saccharimétrique.	POIDS du résidu p. 100.	DEUXIÈME TITRE saccharimétrique.	CENDRES du résidu.	SUCRE passé dans les mélasses.	SUCRE cristallisé contenu dans le sucre brut, ou rendement.
SUCRES DE BETTERAVE.						
10-13. Douane du Nord	96,0	93,07	99,2	0,63	3,05	92,95
10-14. N° 150. Belge. Marseille (50 sacs)	94,25	90,02	99,5	0,54	4,51	89,74
10-14. Sucre belge. Entrepôt	94,0	90,91	98,0	0,90	4,88	89,12
Au-dessous de 7. — 600 sacs saisis à la douane antérieurement au 11 novembre 1872 (A)	94,0	91,98	95,5	0,99	6,74	87,26
7-9 M. Fiévet, à Sin	91,4	78,78	99,0	2,34	12,0	79,38
7-9 M. Vallès, à Biastres. M. Lebaudy (B)	91,0	83.98	97.0	1,26	10,53	81,47
Au-dessous de 7. — Douane, 200 sacs saisis avant le 11 novembre 1872	90,5	85,65	97,5	1,26	7,0	83,5
7-9. M. Tétard, à Gonesse (C)	89.0	76,19	97,0	1,125	15,1	73,90
Au-dessous de 7. — M. Dufour, à Aunay. M. Lebaudy (D).	88,0	81,38	91,1	2,565	10,6	77,39
7-9. M. Herbert, à Fresnoy-le-Grand	89 0	79,26	97,0	1,71	2,11	76,88
SUCRES DE CANNE.						
Havane { 15-19. Havane. (Bordeaux)	99,0	98,48	100,0	0,135	0,03	98,97
Havane { 10 à 14. Havane. (Bordeaux)	97,0	94,41	100,0	0,09	2,59	94,41
Havane { 15 à 19. Havane. (Bordeaux)	98,0	96,02	100,0	0,18	1,02	96,98

	13-15. Havane. Bordeaux. Entrepôt.....	96,5	93,30	98,5	0,18	4,6	91,90
	Au-dessous de 7. — Havane. Bordeaux...	94,25	94,09	99,0	0,9	0,3	93,95
Guadeloupe...	Au-dessus de 20. — Entrepôt. Guadeloupe. Poudre blanche....................	100,0	99,01	100,0	0,135	2,99	99,01
	15 à 19. Entrepôt. Guadeloupe.........	94,0	92,32	99,0	0.51	2,61	91,39
	Au-dessous de 7. — Guadeloupe. Entrepôt............................	86,0	87,34	94,0	1,71	3,9	82,10
Martinique...	15 à 19. Poudre blanche. Martinique. Entrepôt...	97,5	97,74	99,3	0,18	0,45	97,05
	13 à 19. Martinique. Entrepôt.........	93.75	91,35	99.0	0,36	3,32	90,43
	10 à 14. Martinique. Entrepôt.........	92,0	95,65	99,0	0,63	»	94,69
Brésil.......	7 à 9. Bordeaux. Entrepôt............	91,5	88,13	98,5	0,9	4,7	86,80
	7 à 9..............................	89,5	81,42	98,0	0,675	6,77	82,73
	Bahia. Au-dessous de 7 (E)...........	80,25	75,32	93,5	1,215	9,83	70,42
	Au-dessous de 7 (F)..................	80,0	75,88	96,0	1,81	8,16	71,81
Au-dessous de 7. — Maurice, n° 1 (G).............		81,0	81,32	95,0	1,98	6,75	77,25
Au-dessous de 7. — Maurice, n° 2 (H).............		79,0	76,12	91,0	3,15	9,46	69,54
Au-dessous de 7. — Manille, n° 1 (J).............		84,0	80,20	96,0	2,07	6,11	77,59
Au-dessous de 7. — Manille, n° 2..................		76,5	69,39	97,9	2,25	8,19	67,31
Au-dessous de 7. — Madras, n° 1..................		81,0	59,51	97,0	0,99	23,28	57,72
Au-dessous de 7. — Madras, n° 2..................		80,0	68,67	98,0	0,045	12,70	67,30
7 à 9 West-India, n° 1............................		86.5	78,37	98,0	0,9	9,70	76,80
Au-dessous de 7. — West-India, n° 2..............		80,0	61,15	97,0	1,26	17,78	62,22
Au-dessous de 7. — Jaggery (K)..................		78,0	70,35	94,0	2,43	11,87	66,13
Au-dessous de 7. — Java (L)......................		77.5	72,77	95,0	1,755	7,37	69,13

« Pour que les résultats fournis par le procédé Schei-
« bler puissent être considérés comme donnant le rende-
« ment en sucre cristallisé, même en laissant de côté l'in-
« fluence que peut exercer, au cours du raffinage, le
« sirop enlevé par l'alcool, et que le manufacturier ren-
« contre cependant à la fonte, il faudrait que le résidu
« représentât du sucre presque pur ou mélangé seulement
« avec une petite proportion de matières salines inso-
« lubles dans l'alcool; il faudrait surtout qu'il ne ren-
« fermât plus, en quantité sensible, les impuretés orga-
« niques dont il était souillé à l'état de sirop. En d'autres
« termes, il faudrait que la somme du titre saccharimé-
« trique observée après le lavage et du poids de cendres
« trouvé dans le résidu de ce lavage fût égale à 100, ou,
« du moins, très voisine de ce nombre.

« On voit qu'il en est ainsi pour un certain nombre de
« sucres analysés, mais que pour les numéros B, C, F, G, J,
« l'écart est déjà sensible, et qu'il s'accentue davantage
« pour les sucres désignés par les lettres A, D, E, G, H,
« F, K, L, ainsi que le montre le tableau ci-contre.

« Dès à présent donc, et de ce seul fait, la méthode ne
« peut pas être considérée comme sûrement applicable à
« tous les types que l'on rencontre dans le commerce, et
« les résultats en sont défectueux, surtout lorsqu'on se
« place en face des bas produits de la canne.

« Pour s'éclairer plus complètement sur la valeur de
« ce procédé, MM. de Luynes et Aimé Girard ont déter-
« miné les cendres des mêmes sucres avant et après le
« traitement par le lavage. Ils ont obtenu les résultats
« suivants :

NATURE DU SUCRE.	CENDRES avant le traitement Scheibler.	CENDRES après le traitement Scheibler.
SUCRES DE BETTERAVE.		
10-13. Douane du Nord	1,45	0,63
10-14. 250. Belge. Marseille. 50 sacs	1,71	0,54
10-14. Sucre belge. Entrepôt	1,98	0,90
Au-dessous de 7. — 600 saisis à la douane avant le 11 novembre 1872	1,80	0,99
7-9. M. Fiévet, à Sin	2,47	2,31
7-9. M. Vallès, à Biastres	2,65	1,26
Au-dessous de 7. — Douane. 400 sacs saisis avant le 11 novembre 1872	2,52	1,26
9-9. M. Tétart à Gonesse	3,15	1,125
Au-dessous de 7. M. Dufour, à Aunay	4,27	2,565
7-9. M. Herbert, à Fresnay-le-Grand	3,69	1,71
SUCRES DE CANNE.		
Havane. 15-19. Havane. Bordeaux	0,27	0,135
Havane. 10 à 14. Havane. Bordeaux	0,45	0,090
Havane. 15-49. Havane. Bordeaux	0,18	0,18
Havane. 13-15. Bordeaux. Entrepôt	0,45	0,18
Guadeloupe. Au-dessous de 7	0,9	0,9
Guadeloupe. Au-dessous de 20. Poudre bl. Entrepôt	0,18	0,135
Guadeloupe. 15 à 19. Entrepôt	0,63	0,54
Guadeloupe. Au-dessous de 7. Entrepôt	2,25	1,71
Martinique. 15 à 19. Poudre bl. Entrepôt	0,36	0,18
Martinique. 13 à 19. Entrepôt	0,45	0,36
Martinique. 10 à 14. Entrepôt	0,99	0,63
Brésil. 7 à 9. Bordeaux. Entrepôt	1,71	0,90
Brésil. 7 à 9	1,08	0,675
Brésil. Au-dessous de 7. Bahia	1,53	1,215
Brésil. Au-dessous de 7	1,98	1,81
Au-dessous de 7. Maurice, n° 1	2,07	1,98
Au-dessous de 7. Maurice, n° 2	3,78	3,15
Au-dessous de 7. Manille, n° 1	3,87	2,07
Au-dessous de 7. Manille, n° 2	3,33	2,25
Au-dessous de 7. Madras, n° 1	1,305	0,99
Au-dessous de 7. Madras, n° 2	1,575	0,045
7 à 9. West-India, n° 1	1,557	0,9
Au-dessous de 7. West-India, n° 2	1,98	1,26
Au-dessous de 7. Jaggery	2,88	2,43
Au-dessous de 7. Java	2,07	1,98

Ainsi, des essais qui précèdent, résulte ce fait que le sucre épuisé par le lavage reste encore mélangé avec une proportion de matières minérales quelquefois considérable, surtout pour les sortes inférieures, matières minérales dont on ne saurait négliger absolument le rôle, au point de vue du rendement au raffinage.

I.

Procédé de M. Dumas.

M. Dumas a proposé au procédé Payen la modification suivante, qui le rend plus rapide; cette modification consiste à broyer le sucre à essayer avec une dissolution saturée de sucre pur dans l'alcool acidifié avec 50 grammes d'acide acétique pur par litre, et à constater à l'aide de l'alcoolmètre de Gay-Lussac le degré alcoolique de la dissolution, avant et après l'opération. Si la dissolution, après le broyage, marque le même degré, c'est que le sucre soumis au broyage est pur; s'il contient 2, ou 3, ou 4, ou 5° centésimaux de moins, c'est que le sucre contient 2, ou 3, ou 4, ou 5° de sucre en moins, c'est-à-dire qu'il titre 98, 97 ou 96, ou 95 p. 100 de sucre pur.

Ce procédé, qui pouvait avoir son utilité à cause de sa simplicité au moment où il a été recommandé par M. Dumas, a perdu de son importance en présence de la méthode mélassimétrique, seule employée en France dans les transactions commerciales et dans la perception des droits.

§ 15.

I. — DE L'ANALYSE COMMERCIALE DES SUCRES BRUTS.

Le mode d'analyse chimique des sucres, généralement adopté, consiste à déterminer en centièmes sur un même échantillon :

1° La quantité du sucre au moyen du saccharimètre par la notation directe;

2° La quantité de sels accusés par le poids du résidu de l'incinération sulfurique avec la réduction d'un dixième pour la transformation des sulfates en carbonates par le calcul.

3° La quantité de glucose par la méthode cuprique;

4° La quantité d'eau par dessiccation dans une étuve chauffée à 110°.

Les nombres obtenus par ces diverses constatations, rapportés à 100 parties du sucre analysé, étant additionnés, la quantité manquant pour compléter le nombre 100 représente ce que l'on est convenu de désigner sous le nom d'*inconnu*, ou encore : *matières organiques.*

Une analyse ainsi faite se représente ainsi pour 100 de sucre :

Titre saccharimétrique...............	92
Cendres (1/10)......................	1,6
Glucose.............................	0,5
Eau.................................	2,0
Inconnu ou matières organiques.......	3,9
Soit total..........................	100,0

Pour transformer cette analyse chimique en analyse dite commerciale, c'est-à-dire devant donner le rendement en sucre au raffinage, suivant la méthode mélassimétrique, il faut avoir recours au coefficient salin et au coefficient glucosique adoptés par le commerce; c'est-à-dire déterminer la quantité qui se trouve annulée à l'état de mélasse dans l'échantillon de sucre analysé, par la présence des sels et par la présence du glucose.

Ces coefficients ont été longuement discutés dès le début de la mélassimétrie; le coefficient salin, c'est-à-dire le rapport du sucre aux cendres produites par l'incinération simple avait été fixé au début à 5 de sucre pour 1 de cendres.

L'application de l'incinération sulfurique avait apporté un léger changement, c'est-à-dire que sur le poids des cendres obtenu de l'incinération sulfurique on a déduit

1/10, pour opérer par le calcul la transformation du poids de sulfates en poids de carbonates, afin de rapprocher les nombres obtenus de l'incinération sulfurique des nombres que l'on obtenait par l'incinération simple.

Quoique toutes les recherches aient établi que ce coefficient était trop élevé; que, d'après l'analyse des mélasses des fabriques de sucre de betterave, il devait être de 3,73 à 3,50, et d'après l'analyse des mélasses de raffinerie de sucre de betterave, être de 4, les raffineurs persistèrent jusqu'en 1880 à maintenir le coefficient 5 dans l'achat des sucres, sans doute pour des raisons puisées moins dans les résultats de l'analyse que dans leur expérience manufacturière du rendement au raffinage.

Le coefficient du glucose, qui avait d'abord été négligé, fut porté a 1, c'est-à-dire que la présence de 1 p. 100 de glucose annulait 1 de sucre cristallisable à l'état de mélasse, mais dans la suite ce coefficient du glucose fut porté à 2.

Ces coefficients furent admis dans toutes les transactions commerciales dont le sucre brut fait le sujet.

Pour transformer l'analyse chimique en analyse commerciale, il est donc nécessaire de déterminer à l'aide de ces coefficients la quantité de sucre cristallisable qui se trouve annulé à l'état de mélasse par la présence des sels et par celle du glucose.

Ainsi, 1 de cendres sulfuriques ayant subi la correction de 1/10 pour la transformation par le calcul des sulfates en carbonates, annule 5 de sucre cristallisable.

Pour reconnaître la quantité de sucre cristallisable qui se trouve ainsi annulée dans le sucre soumis à l'analyse, il faut multiplier le poids des cendres sulfuriques corrigées, c'est-à-dire réduites de 1/10, par 5; le produit de cette multiplication donne le sucre annulé à l'état de mélasse par la présence des sels, soit, dans l'analyse chimique ci-dessus, $1^{gr},6 \times 5 =$ sucre annulé par les sels, 8,0 p. 100.

De même pour déterminer la quantité de sucre cristallisable annulé par la présence du glucose, il faut multi-

plier la quantité de glucose trouvée par le coefficient 2, et le chiffre trouvé représente la quantité de sucre cristallisable annulé dans la mélasse par la présence du glucose ; soit dans l'analyse chimique ci-dessus :

$$0^{gr},5 \times 2 = 1,00 \text{ sucre annulé par le glucose.}$$

Ces deux déterminations étant faites, il ne suffit plus, pour connaître le rendement réel du sucre au raffinage, que de retrancher de la quantité de sucre cristallisable déterminé par le saccharimètre, le sucre cristallisable annulé dans la mélasse, soit dans l'analyse ci-dessus :

Titre saccharimétrique, 92°		92°
Sucre annulé dans la mélasse par les sels.	8,0	9°
Sucre annulé dans la mélasse par le glucose.	1,0	
Reste sucre extractible		83°

L'analyse se pratique généralement en prélevant sur l'échantillon de sucre brut soumis à l'analyse pour l'essai saccharimétrique optique : sucre, $16^{gr},35$, que l'on fait dissoudre dans l'eau de manière à obtenir une dissolution de 100 cent. cubes ;

Pour le dosage des cendres : sucre, 5 grammes, que l'on soumet à l'incinération sulfurique ;

Pour le dosage du glucose : sucre, 10 grammes, que l'on dissout dans une quantité d'eau variant avec la quantité de glucose contenue dans l'échantillon entre 50 cent. cubes, ou 100 cent. cubes, ou 200 cent. cubes ;

Pour le dosage de l'eau : sucre, 5 grammes.

Tel était l'état de l'analyse commerciale au moment de l'application de la loi du 29 juillet 1875.

Cette loi, comme on le verra dans le paragraphe suivant, tout en conservant les classes, admettait l'analyse chimique comme moyen de déterminer le rendement des sucres bruts au raffinage ; mais elle apportait à l'analyse, telle qu'elle était appliquée pour le commerce, les changements suivants pour la perception de l'impôt :

Pour doser le sucre cristallisable par le saccharimètre, elle prend $16^{gr},19$ au lieu de $16^{gr},35$:

Elle réduit les cendres sulfuriques par le coefficient 0,8 au lieu du cofficient 0,9.

Elle admet que 1 de cendres ainsi corrigées annule, à l'état de mélasse, 4 de sucre au lieu de 5.

Elle admet le coefficient 1 pour le glucose, lorsque les sucres en contiennent de 0,5 à moins de 1 p. 100, et le coefficient 2 lorsque la quantité de glucose s'élève à 1 p. 100 et au-dessus.

L'analyse légale, telle quelle vient d'être résumée, n'apporta, malgré les nombreuses réclamations des fabricants de sucre, aucune modification dans l'analyse commerciale des sucres et dans leur rendement calculé au raffinage.

En juillet 1880, une nouvelle loi, la loi dite de dégrèvement, réduisit le droit sur le sucre raffiné à 40 francs par 100 kilog. de sucre pur accusé par le saccharimètre, déduction faite :

Pour le déchet au raffinage, de . .	1,5	p. 100
Pour les cendres, de	4	—
Pour le glucose, de.	2	—

Cette loi avait pour le fabricant l'avantage de supprimer les classes et de faire payer les droits sur la quantité de sucre réellement extractible.

Il parut naturel aux fabricants que les conditions faites à l'analyse pour le payement des droits servissent également de bases aux transactions commerciales ; mais il n'en fut rien. Les raffineurs choisirent dans la loi ce qui leur était avantageux, mais ils maintinrent comme type de sucre brut normal le titre de 88 degrés saccharimétriques, avec bonification de prix pour les degrés en plus, et réduction pour les degrés en moins.

M. Le Loup, dans une conférence faite au congrès sucrier de Saint-Quentin, le 31 mai 1882, sur les analyses commerciales et administratives, résume ainsi les conditions imposées par la raffinerie à la sucrerie pour l'achat des sucres bruts :

« 1° Point de départ de la base : vente sur la base « de 88 degrés ; adoption du poids de 16gr,19 pour la dé- « termination du degré polarimétrique ;

« 2° Application du coefficient 4 pour les cendres ;

« 3° Application du coefficient 2 pour l'incristallisable ;

« 4° Déduction de 1 1/2 p. 100 de rendement ;

« 5° Bonification de 0 fr. 60 cent. par degré au-dessus « de 88 degrés ;

« 6° Réduction de 1 franc par degré au-dessous ;

« 7° Abandon des fractions de degré ;

« 8° Retenue du montant du droit sur l'excédent, dans « le cas où le titrage de la Régie dépasse le titrage com- « mercial. Dans le cas contraire, perte pour le fabricant « du montant de l'impôt, dont bénéficie seul le raffineur.

« 9° Départage, dans le cas seulement où la différence « entre les titrages dépasse 1 degré. »

On voit, par cette énumération, à quelles complications est soumise la détermination de la valeur commerciale du sucre brut ; le prix de la transaction part bien d'une base fixe, 88 degrés saccharimétriques ; mais toutes les conditions et restrictions qui l'accompagnent font que le fabricant qui vend son sucre au cours du jour les 88 degrés, ne sait le prix qu'il en retirera qu'après plusieurs analyses et les nombreuses corrections qu'elles supportent. De là de nombreuses réclamations, des luttes très vives entre fabricants, raffineurs et chimistes, luttes qui devront conduire tôt ou tard le fabricant à ne livrer au commerce que du sucre pur avec un droit unique.

II.

Analyse commerciale des sucres bruts par la méthode des 4/5es.

Il existait alors, en 1875, et il existe encore aujourd'hui, une méthode d'analyse des sucres bruts pratiquée dans les laboratoires d'analyse commerciale désignée sous le nom de méthode des 4/5es.

Cette méthode empirique consiste :

1° A doser l'eau ;

2° A doser les cendres par incinération sulfurique ;

3° A doser le glucose par la méthode cuprique ;

4° A représenter le poids de l'inconnu ou des matières organiques par les 4/5es du poids des cendres ;

5° A traduire ces différents nombres en centièmes du sucre soumis à l'analyse. Le nombre manquant pour compléter le nombre 100 représente le sucre cristallisable, qui se trouve ainsi dosé par différence. Tandis que, dans l'analyse commerciale ordinaire, cette différence représente ce que l'on appelle *l'inconnu*, dans cette nouvelle méthode, l'inconnu est calculé d'après le poids des cendres ; et c'est le sucre qui se trouve dosé par différence, et qui, par conséquent, supporte les erreurs qui ont pu être commises, soit dans l'expérience, soit dans le calcul.

Cette méthode a pris naissance au début de l'application de l'analyse chimique à la détermination de la valeur des sucres bruts dans les transactions commerciales, et tandis que les chimistes-essayeurs du commerce, encore peu familiarisés avec l'emploi du saccharimètre, tombaient difficilement d'accord sur le titre saccharimétrique des sucres soumis à leurs analyses, leurs nombres présentaient bien moins d'écart lorsqu'ils employaient la méthode des 4/5es.

Cette méthode a été vivement critiquée dès son apparition. « Elle peut être exacte par hasard, dit M. Tavernier (1), mais généralement elle donne un faux résultat « en plus ou en moins. Si, dans l'analyse ordinaire, l'inconnu est beaucoup plus faible que les cendres, l'analyse par les 4/5es en diminuera le titre saccharimétrique ; « si, au contraire, l'inconnu, dans l'analyse régulière, est « plus fort que les cendres, le titre saccharimétrique sera « plus élevé.

« Nous mettons en regard des analyses supposées faites « par les deux procédés, dans lesquelles nous examine-

(1) Tavernier, *Journal des fabricants de sucre*, des 7 et 21 avril 1870.

« rons successivement les transformations du titre saccha-
« rimétrique dans les trois cas suivants :
« 1° Les cendres sont égales à l'inconnu.
« 2° Les cendres sont supérieures à l'inconnu.
« 3° Les cendres sont inférieures à l'inconnu.

CAS CI-DESSUS.	COMPOSANTS.	ANALYSE par le saccharimètre.	ANALYSE par les 4/5es.
1° Cendres égales à l'inconnu	Sucre cristallisable........	94,50	94,81
	Cendres sulfuriques (0,9)...	1,55	1,55
	Eau..................	2,40	2,40
	Inconnu................	1,55	1,24
	Totaux.....	100,00	100,00
2° Cendres supérieures à l'inconnu.	Sucre cristallisable........	96,00	95,32
	Cendres................	1,42	1,42
	Eau..................	2,12	2,12
	Inconnu................	0,46	1,14
	Totaux.....	100,00	100,00
3° Cendres inférieures à l'inconnu.	Sucre cristallisable........	96,50	96,88
	Cendres................	0,94	0,94
	Eau..................	1,42	1,42
	Inconnu................	1,14	0,76
	Totaux.....	100,00	100,00

« On voit de suite, par le tableau comparatif de ces ana-
« lyses prises au hasard, avec la seule précaution de choi-
« sir des cendres qui soient égales, supérieures ou infé-
« rieures en poids à celui de l'inconnu, que le résultat
« que l'on obtient par le titre sucre est très variable, com-
« paré à celui que donne le saccharimètre, et que l'*accord*

« n'existe que pour ceux qui s'unissent pour s'en servir. »

Malgré ces critiques du début, souvent renouvelées depuis, cette méthode a survécu, et un chimiste, directeur d'une importante fabrique de sucre, m'assurait dernièrement (1878) que les analyses commerciales de sucre brut, dans les laboratoires des chimistes essayeurs du commerce, ne se faisaient pas aujourd'hui autrement; que lui-même, pour la vente de ses sucres, était obligé de la subir et de l'employer pour contrôler l'analyse servant de base à ses livraisons de sucre brut.

Il attribuait le succès de cette méthode, acceptée d'ailleurs par les raffineries, à ce qu'elle leur était le plus souvent avantageuse, et il citait une raffinerie qui, disait-il, gagnait bien près de cent mille francs par an, par suite du titrage de ses achats par cette méthode.

Il faut aussi attribuer son succès à la facilité avec laquelle on peut pratiquer un grand nombre d'analyses en même temps; en effet, il suffit de peser dans une capsule de platine 5 grammes du sucre à essayer, de l'exposer pendant un temps suffisant dans une étuve chauffée à 110°, pour en opérer la dessiccation et constater la quantité d'eau, puis d'ajouter au sucre resté dans la capsule 2 cent. cubes d'acide sulfurique, d'incinérer au moufle et de constater la quantité de cendres obtenues.

Le poids de l'eau et des cendres sulfuriques constatées pour un poids connu de sucre donne tous les éléments de l'analyse.

On comprend qu'avec un nombre suffisant de capsules de platine, d'étuves et de fourneaux à moufles, on puisse exécuter plusieurs centaines d'analyses par jour et les produire au rabais.

Les fabricants de sucre qui visent à l'économie en ont pour leur argent. Telle est la seule conclusion à tirer de cette méthode d'analyse empirique.

§ 16.

DE L'ANALYSE LÉGALE DES SUCRES BRUTS.

La loi du 29 juillet 1875 contenait cette disposition dans son article 3 : « Dans le cas où la nuance des sucres pa- « raîtrait ne pas correspondre à leur richesse effective, le « service provoquera l'expertise légale et les commissaires « experts devront recourir, pour le classement définitif, « aux procédés saccharimétriques ; de son côté, le fabri- « cant ou l'importateur aura la faculté de déclarer la classe « à laquelle appartiennent les sucres d'après leur richesse « effective, toutes les fois que cette richesse ne sera pas « en rapport avec la nuance (1). »

Cette prescription était l'introduction dans la législation des sucres de l'analyse chimique, qui jusque-là n'y avait pénétré qu'à titre de renseignement sous le couvert des commissaires experts, et comme conséquence et de première nécessité la création de laboratoires de l'État ; aussi, le 3 août suivant, une nouvelle loi institue des laboratoires dans les cinq ports par lesquels a lieu l'importation des sucres coloniaux et exotiques : Marseille, Bordeaux, le Havre, Nantes, Dunkerque, et dans les villes de l'intérieur qui sont placées au centre de la fabrication du sucre indigène : Lille, Douai, Valenciennes, Arras, Saint-Quentin, Laon, Amiens, Rethel, Clermont-Ferrand, Dijon.

De plus, elle établit deux bureaux centraux d'essais à Paris : l'un près l'administration des douanes, et l'autre près l'administration des contributions indirectes.

En présence des nombreuses critiques dont l'analyse chimique et les coefficients mélassimétriques avaient été l'objet, le ministre du commerce jugea utile, avant d'établir les bases de l'analyse légale dans un règlement d'administration publique, de faire faire de nouvelles études

(1) *La Sucrerie indigène*, tome X, p. 6, août 1875.

sur les procédés d'analyse chimique et sur la valeur des coefficients admis par le commerce.

Un point important nécessitait un nouvel examen : c'était la détermination exacte de la quantité de sucre cristallisable (saccharose) nécessaire pour produire une rotation d'un rayon de lumière polarisée égale à une lame de quartz de 1 millimètre d'épaisseur; le nombre 16gr,35 de sucre pur dissous dans l'eau, et donnant une dissolution de 100 cent. cubes, généralement adopté dans tous les laboratoires du commerce, paraissait trop élevé.

MM. de Luynes et A. Girard furent chargés d'en faire une nouvelle vérification, et trouvèrent que ce nombre de 16gr,35 devait être réduit à 16gr,19 de sucre pur (1).

Ce dernier chiffre fut adopté par l'administration des contributions indirectes dans l'analyse des sucres, pour la détermination de l'impôt, c'est-à-dire dans l'analyse légale.

M. Viollette avait établi que dans le dosage des cendres des sucres bruts la réduction de 1/10 n'était pas suffisante, et qu'il fallait déduire au moins 2/10 du poids des cendres sulfuriques pour obtenir le poids le plus approximatif dans la transformation, par le calcul des cendres sulfatées en cendres carbonatées (2).

MM. Alf. Riche et Ch. Bardy avaient (3) démontré la nécessité, dans l'analyse chimique des sucres bruts, d'en séparer les matières insolubles qui pouvaient s'y rencontrer ou qui avaient pu être ajoutées par fraude, comme le cas s'était présenté. Ces matières n'ayant aucune action mélassigène, auraient faussé les résultats de l'analyse en augmentant la quantité de cendres et en diminuant le rendement au raffinage.

Il en était de même de la chaux, qui, étant soluble dans

(1) De Luynes et Girard, *Comptes rendus de l'Académie des sciences*, tome LXXX, p. 1354, année 1875.

(2) Viollette, *Comptes rendus des séances de l'Académie des sciences*, tome LXXIX, p. 847, année 1874.

(3) Riche et Bardy, *Comptes rendus des séances de l'Académie des sciences*, tome LXXXII, p. 768, année 1876.

la dissolution sucrée, nécessitait un traitement par l'acide carbonique pour être éliminée, ce qui était indispensable pour obtenir des résultats exacts.

Enfin, ces chimistes avaient établi que les sels qui peuvent se rencontrer ordinairement dans les sucres bruts, tels que l'azotate de potasse, le sulfate de potasse, le chlorure de potassium, le carbonate de potasse et le chlorure de sodium, même à la dose de 5 p. 100 du poids du sucre, avaient une influence à peine sensible sur le titre accusé par le saccharimètre, et qui pouvait être négligée (1).

M. Muntz était arrivé au même résultat (2).

MM. Aimé Girard et Laborde, ainsi que M. Muntz, établirent par de nouvelles expériences, d'accord avec le même fait annoncé par Dubrunfaut, que la présence, dans les sucres bruts du commerce, d'un sucre réducteur résultant de la transformation du sucre cristallisable, n'avait pas sensiblement de pouvoir rotatoire, ou qu'il se rapprochait du zéro de l'échelle du saccharimètre, par conséquence ne pouvait avoir d'influence sur le pouvoir rotatoire à droite du sucre cristallisable, et qu'il n'était donc pas nécessaire de tenir compte de sa présence dans la détermination du titre saccharimétrique du sucre soumis à l'analyse (3).

L'administration, bien renseignée par ces divers travaux, formula dans un règlement d'administration publique les diverses données qui devaient servir de base à l'analyse légale, telle qu'elle serait pratiquée dans les laboratoires de l'État ; ce règlement, approuvé par le Conseil d'État, fut annexé comme complément à la loi du 29 juillet et 30 décembre 1875, dans les termes suivants en ce qui concerne l'analyse légale :

(1) *La Sucrerie indigène*, tome X, p. 547, 1876.
(2) *La Sucrerie indigène*, tome X, p. 549, 1876.
(3) *La Sucrerie indigène*, tome X, p. 549, 1876.

TITRE II.

Titrage des sucres et des matières sucrées.

Art. 25. — Il est procédé à la constatation de la richesse absolue des sucres et des matières sucrées expédiées à toute destination, et du rendement présumé au raffinage des sucres bruts destinés aux raffineries, dans les bureaux d'essais établis, à cet effet, par l'administration.

Des arrêtés rendus par le ministre des finances déterminent le nombre et le siège de ces bureaux ; ils règlent, en outre, la composition de leur personnel et leur installation matérielle.

Art. 26. — Des échantillons, pesant chacun au moins 100 grammes pour les sucres et 300 grammes pour les mélasses, sont prélevés contradictoirement, entre les représentants de l'administration et les intéressés, soit dans les bureaux d'importation, soit dans les fabriques, pour chaque espèce de produits.

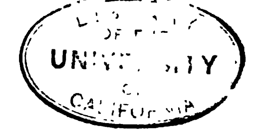
Ces échantillons sont revêtus du double cachet du déclarant et du service, qui en conserve trois, dont un est immédiatement transmis, par les employés, au bureau d'essai de la circonscription.

Art. 27. — Les échantillons transmis au bureau d'essai y sont soumis aux expériences nécessaires pour constater soit la richesse absolue seulement, soit la richesse absolue et le rendement au raffinage, dans les conditions suivantes :

I. — RICHESSE ABSOLUE DES SUCRES ET DES MÉLASSES.

(*Sucre cristallisable et glucose.*)

Sucre cristallisable. — Pour doser le sucre cristallisable, une quantité de $16^{gr},19$ de sucre préalablement dissoute dans l'eau avec addition de sous-acétate de plomb et de tannin, de manière à former un volume de 100 cent. cubes, est, après filtrage, essayée au polarimètre à pénombre.



Il n'est pas tenu compte de la déviation polarimétrique due à la présence du glucose. Le titre indiqué par la notation directe du polarimètre est considéré comme représentant la quotité pour 100 du sucre cristallisable contenu dans la matière essayée.

Glucose. — Le glucose est dosé à l'aide de la liqueur cupro-alcaline de Fehling.

Les fractions de glucose inférieures à 1/2 p. 100 sont négligées dans l'analyse.

II. — RENDEMENT.

Pour l'évaluation du rendement présumé des sucres bruts en raffinés, un échantillon de ces sucres est soumis à l'incinération, après avoir été additionné d'acide sulfurique.

Le poids total des cendres sulfatées provenant de cette incinération est atténué de 2/10. Le surplus représente la quotité pour 100 des sels contenus dans le sucre. Cette quotité est multipliée par 4. Le produit de la multiplication est déduit du degré constaté par la notation directe au polarimètre.

Toutefois, quand le poids ou la nature des cendres paraît anormal, l'administration peut faire déterminer, par les commissaires experts institués par la loi du 27 juillet 1822, la nature des matières minérales contenues dans les sucres, la quotité des matières qui n'ont pas d'influence sur le rendement, et la quotité des sels à laquelle il y a lieu d'appliquer le coefficient ci-dessus.

Outre la déduction afférente aux cendres, le poids du glucose est déduit de la notation au polarimètre, savoir : deux fois quand il est de 1 p. 100 ou plus, et une fois seulement quand sa quotité est supérieure à 1/2 p. 100 et inférieure à 1 p. 100. Il n'est pas tenu compte des fractions de centième inférieures à 1/2.

On déduit, enfin, dans tous les cas, 1 1/2 p. 100 à titre de déchet.

La différence entre le degré constaté au polarimètre et

le total de ces diverses déductions exprime le rendement présumé au raffinage, sans que ce rendement puisse être porté à une quotité supérieure à 97 p. 100.

L'analyse commerciale et l'analyse légale présentaient donc entre elles des différences notables. Ainsi, tandis que dans l'analyse commerciale 100° du saccharimètre de Soleil ou du saccharimètre à pénombre représentaient en sucre pur dissous dans 100 cent. cubes....... 16gr,35

Ils représentaient dans l'analyse légale..... 16gr,19

Tandis que dans l'analyse commerciale on déduisait du poids des cendres sulfatées, pour les tranformer en carbonates.................................... 1/10

Dans l'analyse légale on devait déduire....... 2/10

Tandis que dans l'analyse commerciale, pour reconnaître le rendement en sucre au raffinage, on multiplie le poids des cendres corrigé, par le coefficient........ 5
dans l'analyse légale; il doit être multiplié par...... 4

Enfin, tandis que le coefficient glucosique 2, dans l'analyse commerciale, s'applique à toutes les proportions de glucose, il ne s'applique dans l'analyse légale que lorsque le sucre analysé en contient au minimum 1/2 p. 100.

En traduisant les nombres de l'analyse commerciale indiquée § 15 en nombres de l'analyse légale, on trouve le résultat suivant :

$$\frac{16,35 \times 100^\circ}{1619} = 100^\circ,98 \qquad \frac{100^\circ,98 \times 92^\circ}{100} = 92^\circ,90$$

Titre saccharimétrique, au lieu de 92° =... 92°,901

Cendres 1gr,777 — 2/10 = 1gr,422

× 4 = sucre....................	5,688	
Glucose 0,5 =..................	0,500	7,688
auquel il faut ajouter à titre de déchet	1,500	

Rendement légal du sucre analysé p. 100... 84°,213

Le rendement commercial était de » ... 83

soit une différence en plus pour le rendement légal p. 100.............................. 1,287

Il résulte de ces nombres que le sucre vendu d'après

les règles de l'analyse commerciale paye le droit sur 1k,287 qui ne lui sont pas payés par le commerce ni comme sucre, ni comme droit.

Cette différence; c'est-à-dire cette perte, est d'autant plus grande, que les cendres y sont en plus grande quantité.

L'application de l'analyse légale à la perception des droits sur le sucre dans les conditions qui viennent d'être indiquées ne modifia en rien l'analyse commerciale telle qu'elle était pratiquée, et ces deux analyses continuèrent d'être pratiquées parallèlement dans leurs conditions respectives.

Le fabricant de sucre eut beaucoup de peine à se familiariser avec les différences que produisaient ces deux modes d'analyse dont il se trouvait victime; il lui semblait que si l'analyse chimique avait la valeur réelle que ses partisans lui prêtaient, il ne devait pas en résulter deux poids et deux mesures, l'une dans l'intérêt du fisc, l'autre dans l'intérêt du raffineur; il y avait là ou une application fausse, ou une injustice révoltante, qui provoquèrent de nouvelles critiques, plus ardentes que jamais, et contre l'analyse commerciale appliquée aux transactions commerciales, et contre l'analyse légale appliquée à la perception des droits.

Ces critiques se trouvaient entretenues et augmentées par les retards inévitables qu'entraînait la mise en pratique de l'analyse légale dans les laboratoires de province et de son contrôle dans les laboratoires de Paris; surtout par les différences dans les résultats des analyses faites dans les laboratoires de l'État et dans ceux des essayeurs du commerce, quoique faites et calculées sur celles de l'analyse légale.

Ces différences donnaient lieu à des récriminations d'autant plus vives qu'une différence de moins de 1 p. 100 dans les résultats de l'analyse, c'est-à-dire dans le rendement en sucre du sucre brut analysé, suffisait pour opérer un classement qui entraînait une différence dans les droits d'une classe à l'autre d'au moins 10 francs par

100 kil. de sucre brut, et par suite dans le prix de vente du sucre, aux dépens du vendeur.

Pour faire bien comprendre la vivacité, l'importance et la valeur de ces réclamations, il est utile de donner ici *in extenso* une correspondance provoquée par M. le marquis d'Havrincourt, dont le nom fait justement autorité dans la fabrication du sucre de betterave, et qui résume parfaitement les griefs des fabricants de sucre, ainsi qu'une lettre de M. Riche, directeur du laboratoire du ministère de l'agriculture et du commerce, qui donne l'explication justifiée de ces différences dans les résultats de l'analyse.

Le Comité d'expertise légale et M. le marquis d'Havrincourt.

I.

« Monsieur le Directeur,

« Je ne veux plus discuter la question des sucres : c'est à de plus jeunes que moi à entrer en lice à leur tour. Je veux simplement vous exposer des faits indiscutables, et chacun de nous devrait publier, non par des notes anonymes, mais par des récits clairs et signés, les faits semblables dont il a été la victime.

« Je ne fais jamais de sous-sept. Ma fabrication est normale et régulière ; je fais des blancs, des seconds, puis des troisièmes, produits provenant de mes mélasses, le tout sans aucun mélange.

« J'ai écrit le 27 août à mon courtier pour qu'il me place 162 sacs que j'avais retirés de mes mélasses : il m'a répondu qu'il trouverait 63 fr. 50 de 7/9 et 73 fr. 50 des sous-sept, mais qu'il fallait que je déclarasse d'abord le classement de mes sucres. (Cette différence de 10 francs en plus pour les sous-sept que pour les 7/9 plus riches n'est-elle pas à elle seule la critique la plus amère de la loi qui nous régit?)

« Des essais m'avaient fait présumer que mes sucres ne

titraient pas 76° et étaient par conséquent des sous-sept, mais ne voulant pas m'exposer à une injonction de restitution par l'administration, après la vente, j'ai prié le chef de service des employés de ma sucrerie d'adresser des échantillons de mes sucres au laboratoire administratif d'Arras, dont je relève. Ils ont été envoyés le 29 août et l'analyse a été renvoyée très exactement le 31 août.

« Elle portait, pour richesse nette, 76°,20.

« 76° étant la limite des sous-sept, et trouvant qu'il était dur de perdre 10 francs par sac pour ces malheureux 20 centièmes de degré de richesse en trop, j'ai voulu tenter l'appel au laboratoire central des commissaires experts de Paris, et l'échantillon lui a été envoyé dès le 31 août; la réponse n'est revenue *que le* 8 *septembre*, et l'analyse de Paris portait 78°,10.

« Dès lors mes sucres étaient classés administrativement et irrévocablement 7/9, et j'ai donné ordre à mon courtier de les vendre comme tels.

« Mais, du 29 août au 10 septembre, les sucres avaient baissé, et je n'ai vendu que 62 fr. 50 à MM. Guéritault et Ce, raffineurs à Douai.

« Suivant l'usage commercial, MM. Guéritault et Ce ont fait faire une analyse et moi une autre :

« Leur chimiste, M. Zukowski, de Douai, a trouvé........................... 75°,31

« M. Pagnoul, d'Arras, mon chimiste, a trouvé 75°,56

« Moyenne d'après laquelle j'ai été payé. . . 75°,435 laquelle est bien au-dessous de 76°, limite de sous-sept.

« Résumons :

« L'analyse commerciale, d'*après laquelle j'ai été payé*, a donné........................... 75°,435

« L'analyse administrative d'Arras a donné. . 76°,20

« Et l'analyse des commissaires experts de Paris 78°,10

« Différence entre l'analyse d'après laquelle j'ai été payé et celle de l'administration qui a classé irrévocablement mes sucres.................... 2°,665

« Les analyses administratives m'ont donc fait perdre par sac :

1° Par le classement.................	10 fr. 00
2° Par le retard de onze jours.........	1 fr. 00
Total de la perte par sac...........	11 fr. 00

« Mais, quand on voit un chimiste aussi expert que M. Zukowski, et un chimiste du talent et de l'autorité de M. Pagnoul, être presque d'accord et trouver une moyenne de richesse de 75°,435, on est en droit de dire que l'analyse de Paris, qui a trouvé 78°,10, est, sinon fantaisiste, du moins erronée, et c'est cependant celle que j'ai dû subir et qui m'a fait perdre 11 francs par sac.

« Comment appeler un pareil régime, où l'erreur sans appel fait la loi suprême?

« Comment des nations comme l'Angleterre et la Hollande, qui tiennent à la liberté et à l'équité dans leurs immenses relations commerciales, pourraient-elles accepter une pareille base de traité international?

« La Hollande a répondu à la proposition française, qui n'est prise sérieusement par personne, en proposant, de son côté, une base de traité fondée sur l'impôt à la consommation votée par l'Assemblée nationale, avec quelques modifications dans l'intérêt des raffineurs. L'Angleterre l'acceptait, mais la France a répondu qu'elle ne pouvait consentir, chez les nations cosignataires du traité, ni à l'impôt à la consommation, ni à la suppression de tout impôt, sans une compensation pour ses raffineurs, affrontant la réponse écrasante qu'on lui a faite, que depuis nombre d'années les fabricants de sucre de France sont exercés et sont obligés de lutter ainsi, sans compensation, avec tous les producteurs de sucre de l'Europe, de l'Afrique et des colonies, et qu'au lieu de compensation, on leur a infligé le régime de la saccharimétrie dont je viens de faire ressortir les conséquences.

« Nos pouvoirs législatifs peuvent seuls faire rendre justice à cette magnifique industrie des sucres, qui rapporte à l'État 180 millions d'impôt, qui donne de l'ouvrage à des millions d'ouvriers, qui a doublé le produit de millions d'hectares. Mais il faudrait qu'ils vissent clair dans cette

difficile question des sucres. Malheureusement, elle est compliquée ; nos hommes politiques ne prennent pas le temps de l'étudier, et se laissent prendre aux arguties intéressées par lesquelles on cherche à l'obscurcir.

« Recevez, Monsieur le Directeur, l'assurance de mes sentiments distingués.

« Marquis D'HAVRINCOURT,
Président du Comité des fabricants de sucre
de l'arrondissement d'Arras.

Havrincourt, 17 septembre 1876. »

II.

« Paris, 26 septembre 1876.

« Monsieur le Secrétaire général,

« Le dernier numéro du ***Journal des Fabricants de sucre*** renferme une lettre dans laquelle le laboratoire des commissaires experts du Gouvernement est mis en cause. Comme l'attaque émane d'une personne aussi élevée par l'honorabilité de son caractère que par la position qu'elle occupe, j'ai cru qu'il serait bon de vous donner quelques renseignements sur le point en question.

« Un échantillon représentant 162 sacs de sucre a été adressé à M. le marquis d'Havrincourt, le 29 août, au laboratoire des contributions indirectes d'Arras, qui lui a renvoyé l'analyse le 31 août. Le rendement calculé étant de 76,20, le sucre a été classé dans les 7.—9.

« L'expertise légale ayant été demandée, nous avons reçu un échantillon au ministère du commerce, le samedi 2 septembre ; le jugement a été rendu le mardi 5 septembre. Le rendement, calculé d'après notre analyse, ayant été de 78,10, nous avons ***simplement*** confirmé le classement des contributions indirectes.

« Voici le fait qui a motivé la lettre de M. le marquis d'Ha-

vrincourt, dont les mots suivants peuvent être considérés comme la conclusion :

« ..... On est en droit de dire que l'analyse de Paris, « qui a trouvé 78,10, est, sinon fantaisiste, du moins erro- « née ; et c'est cependant celle que j'ai dû subir, et qui « m'a fait perdre 11 francs par sac. »

« Ces 11 francs se décomposent ainsi :

« 1° 10 francs par le classement en 7-9, contrairement aû classement des essayeurs du commerce, dont l'analye faisait rentrer ce sucre dans la classe des — 7 ;

« 2° 1 franc pour le retard de onze jours apporté par les commissaires experts dans leur jugement.

« Il est manifeste que la conclusion de l'auteur de cette lettre est erronée, car c'est le laboratoire d'Arras qui a conclu au classement dans les 7-9, et le laboratoire de Paris n'a fait que ratifier ce classement, puisque le rendement 78,10, comme le rendement 76,20, se trouve entre les limites de la classe des 7-9 (76 à 85).

« Les commissaires experts ne sont en rien responsables du retard dont on se plaint, car le jugement a été, comme toujours, rendu dans la première séance qui a suivi l'arrivée de l'échantillon au ministère du commerce, ainsi que l'établissent les dates relatées plus haut.

« Notre analyse n'est pas fantaisiste, car nos cahiers sont soumis à MM. les commissaires experts-adjoints, lesquels sont choisis sur une liste dressée par la Chambre de Paris ; chacun d'eux peut, s'il le désire, assister à nos opérations. L'essai de ce sucre a été fait en double, comme tous les autres.

« L'analyse est-elle erronée ? Cela pourrait arriver, car quel est l'opérateur qui serait assez téméraire pour se déclarer infaillible ? Voici les faits sur ce point spécial ; qu'on les juge. Nous avons obtenu :

Sucre cristallisable.	91,40
Matières minérales solubles.	2,66
Substances insolubles.	0,29
Eau, M. V. etc.	5,65
	100,00

« On a donc rencontré dans cet échantillon 0,29 de substances insolubles et 2,66 de sels solubles.

« Or, 2,66 × 5 = 13,30, lesquels retranchés de 91,40 donnent 78,10, titre donné par nous.

« Nous n'avons pas cru devoir (et nous agissons toujours ainsi) faire subir le coefficient 5 au poids 0,29 de substances insolubles, parce qu'elles n'entravent en rien la cristallisation du sucre, et nous avons appliqué seulement ce coefficient aux 2,66 de matières solubles.

« Supposons que nous ayons agi par la méthode commerciale ordinaire, qui consiste à opérer la détermination des cendres sur 4 grammes de matières solides; nous n'aurions peut-être pas aperçu cette substance insoluble, et alors, pour établir le rendement, nous aurions multiplié 2,95 par 5 = 14,75.

« Or, en retranchant de 91,40, ce nombre 14,75, il reste 76,65, qui est très voisin de celui des contributions indirectes d'Arras, et qui, nous ne craignons pas de le répéter, n'aurait en rien changé le classement dont on se plaint, ni, par suite, abaissé le droit à payer.

« L'élévation du titre se conçoit donc, et de pareils faits pourront se reproduire tant que les analyses n'adopteront pas comme principe la méthode d'essai par dissolution que M. Bardy, directeur du laboratoire central des Contributions indirectes, et moi, nous avons eu l'honneur de soumettre au jugement de l'Académie des sciences, et c'est précisément à la suite de différences observées dans l'analyse de sucres contenant des corps insolubles que nous avons été conduits à proposer cette modification. Il y a là une question de première importance qui, résolue comme nous le demandons, ferait disparaître la majeure partie des divergences observées.

« Il ne resterait plus qu'une cause d'erreur grave : c'est la prise d'échantillon, sur laquelle il y a lieu d'appeler toute l'attention de ceux qui font ce travail si important, et notamment pour qu'on n'emploie que des boîtes très propres, ne contenant dans les angles ni matières terreuses, ni débris quelconques se trouvant là par mégarde.

« La lettre à laquelle je réponds m'a suggéré l'idée de rechercher si, même avec la méthode ordinaire, il y a des différences considérables entre nos titres et ceux des laboratoires des Contributions indirectes. Sur 450 à 500 analyses, il y en a 40 à 45 dans lesquelles la différence de rendement atteint 1 p. 100, et parmi celles-ci il ne s'en trouve que 7 où elle s'élève à 2 p. 100.

« Or, en reprenant les analyses des mois derniers, c'est-à-dire celles qui ont éte faites depuis que notre attention a été spécialement appelée sur l'existence de matières insolubles se trouvant le plus souvent d'une manière accidentelle dans les sucres, on observe que les différences un peu fortes portent ordinairement sur les sucres contenant ces substances. Donc, même dans ces conditions défectueuses, les écarts sont rares, et la conclusion générale que M. le marquis d'Havrincourt tire contre la saccharimétrie de quelques cas peu fréquents ne me paraît pas fondée, et ils deviendront extrêmement rares si l'on s'accorde pour modifier la manière d'opérer comme nous l'avons proposé.

« Veuillez agréer, Monsieur le Secrétaire général, l'assurance de mes respectueux sentiments.

A. Riche,

« Directeur du laboratoire du ministère de l'agriculture et du commerce. »

III.

« Havrincourt, 5 octobre 1876.

« Monsieur le Directeur de la *Sucrerie indigène*,

« Le numéro du 4 octobre du *Journal des fabricants de sucre* contient une lettre de l'éminent directeur du laboratoire du ministère de l'agriculture et du commerce, M. Riche, adressée à M. Ozenne, secrétaire général du

même ministère, et qui est une réponse à ma lettre insérée dans votre numéro du 20 septembre.

« Tous les paragraphes de la lettre de M. Riche me paraissent nécessiter des réponses.

« Et d'abord, M. Riche, en citant une phrase de moi, un peu vive, je l'avoue, mais motivée, a supprimé les lignes précédentes qui en faisaient essentiellement partie et qui la justifiaient. Cette suppression rend ma phrase peu convenable et en dehors de toutes mes habitudes de discussion.

« M. Riche écrit :

« Voici le fait qui a motivé la lettre de M. le marquis
« d'Havrincourt, dont les mots suivants peuvent être re-
« gardés comme la conclusion :

« .... On est en droit de dire que l'analyse de Paris,
« qui a trouvé 78°,10, est, sinon fantaisiste, du moins
« erronée, et c'est cependant celle que j'ai dû subir et
« qui m'a fait perdre 11 francs par sac. »

J'avais écrit :

« Mais quand on voit un chimiste aussi expert que
« M. Zukowski, et un chimiste de l'autorité de M. Pa-
« gnoul, être presque d'accord et trouver une moyenne
« de richesse de 75°,435, on est en droit de dire que
« l'analyse de Paris, qui a trouvé 78°,10, est, sinon fan-
« taisiste, du moins erronée. »

« M. Riche reconnaîtra qu'il n'a pas été équitable dans sa citation incomplète.

« Mais entrons dans le fond de la question.

« M. Riche écrit, relativement aux 11 jours de délai que le système de la saccharimétrie m'a fait subir :

1° « Que l'échantillon n'a été reçu au ministère du « commerce que le 2 septembre ». J'affirme que l'échantillon a été mis à la poste le 31 août par M. le chef de service de ma sucrerie, que j'en avais prié instamment et qui est aussi exact qu'obligeant.

« Or toutes nos lettres mises à la poste le soir sont distribuées à Paris le lendemain matin ; comment se fait donc

un service de poste administratif d'où dépendent d'importants intérêts?

2° « Que le jugement a été rendu le 5 septembre ». J'affirme que le chef de service de ma sucrerie, auquel, chaque matin, je demandais s'il avait reçu la réponse de Paris, ne l'a reçue que le 8 septembre. Même observation que ci-dessus.

3° « Que le jugement a été rendu, comme toujours, « dans la première séance qui a suivi l'arrivée de l'échan- « tillon au ministère du commerce ». M. Riche ne nous dit pas quand ont lieu ces réunions. Si je suis bien informé, elles ont lieu une fois par semaine.

« Ainsi donc :

« Il faut trois jours pour adresser l'échantillon au laboratoire départemental et recevoir la réponse.	3 jours.
« Deux jours pour que le ministère reçoive l'échantillon.	2 —
« Trois jours pour que le jugement soit notifié à l'industriel.	3 —
« Enfin, en supposant que la commission se réunisse le jeudi, un échantillon arrivé le vendredi attendrait 7 jours.	7 —
« Total.	15 jours.

« Donc un fabricant de sucre pourra être forcé d'attendre 15 jours avant de connaître le classement de ses sucres, et de pouvoir les *proposer* à la vente.

« Je le demande à M. Riche, qui doit avoir quelques données sur les habitudes et les nécessités commerciales, si une industrie qui est soumise à de telles entraves peut prospérer ; ce système est donc mauvais.

« M. Riche dit encore, en parlant de ma conclusion, qui attribue la perte que j'ai subie à l'analyse de Paris : « Il « est manifeste que la conclusion de l'auteur de cette « lettre est erronée, car c'est le laboratoire d'Arras qui a « conclu au classement dans les 7/9, et le laboratoire de « Paris n'a fait que *ratifier* ce classement, puisque le

« rendement 78°,10, comme le rendement 76,20, se « trouve entre les limites de la classe 7/9 (76 à 85). »

« Remarquons en passant que le mot ***ratifier*** est assez curieux, quand le premier disait 76,20 et que le second dit 78,10. Mais ne jouons pas sur les mots.

« Voici l'organisation que vous avez établie :

« Les fabricants de sucre qui auront besoin de faire classer leurs sucres pour les vendre, s'adresseront d'abord au laboratoire départemental dont ils relèvent; puis, s'ils croient avoir à se plaindre de cette première expertise, ils pourront en appeler au laboratoire du ministère du commerce, où la commission décidera en dernier ressort.

« Eh bien, j'ai pris votre organisation au sérieux. L'analyse d'Arras m'a donné 76,20, c'est-à-dire que pour ces malheureux 20 centièmes de richesse en trop, je ne pouvais vendre mes sucres comme sous-sept, et je perdais 10 francs par sac. D'un autre côté, j'avais des raisons de croire que mes sucres titraient moins de 76, et les analyses de MM. Zukowsky et Pagnoul ont prouvé que mes motifs étaient sérieux. Enfin je savais, ainsi que le dit lui-même M. Riche, que les analyses les mieux faites peuvent quelquefois différer sensiblement. Je me suis donc adressé de bonne foi et en toute confiance à Paris, espérant que l'analyse du ministère serait d'accord avec celle que j'avais fait faire pour mon compte, que je verrais disparaître ces nuisibles 0,20 de richesse, et qu'enfin je recouvrerais mes 10 francs par sac, ce qui valait bien la peine d'un recours à une deuxième expertise. Eh bien ! l'analyse de Paris, différant énormément de l'analyse d'Arras, et encore plus de mon analyse commerciale, a donné, ***souverainement et en dernier ressort***, 78°,10. Voilà les faits incontestables.

« Il en résulte que de deux laboratoires administratifs, l'un a dit 76,20 et l'autre 78,10, c'est-à-dire qu'ils ont différé de près de 2 degrés. Comment peut-on établir la perception d'un impôt aussi considérable que celui des sucres, sur des bases aussi fragiles, et s'en servir pour rendre des décisions ***sans contrôle et sans appel?***

« Nous vendons, il est vrai, sur l'analyse, mais le vendeur et l'acheteur ont chacun leur chimiste, et s'il y a entre eux une différence de 0,50, nous faisons faire une troisième contre-analyse, et je n'ai jamais ouï dire que deux analyses commerciales aient différé de près de 2 degrés, comme celles d'Arras et de Paris; tandis que l'Administration opère seule, juge seule et sans contrôle, et que sa décision est sans appel.

« Et ne venez pas, Monsieur Riche, nous parler de la garantie que nous avons, parce que, dites-vous : « nos « cahiers sont soumis à MM. les commissaires experts- « adjoints, lesquels sont choisis sur une liste dressée par « la Chambre de commerce de Paris; chacun d'eux peut, « s'il le désire, assister à nos opéraiions ».

« En vérité, c'est à croire que ces lignes n'ont pas été écrites par un praticien aussi éminent que M. Riche. Comment! MM. les commissaires experts de la Bourse, qui ne savent pas les premiers éléments des analyses chimiques, pourraient, s'ils le voulaient, vous voir opérer (et ils s'en gardent bien); ils peuvent vérifier vos cahiers (et ils ne le font pas, parce qu'ils savent que vous êtes d'honnêtes gens); et vous appelez cela une garantie sur l'exactitude ***de vos analyses et des décisions qui en sont la conséquence***, pour nous industriels dont les pertes dépendent souvent de ces mêmes analyses!

« Rendons claires les conséquences de vos analyses et de la loi qui nous régit, dont l'étude fait reculer d'effroi tous les législateurs qui ne sont pas industriels.

« Les sous-sept finissent et les sept-neuf commencent à une richesse de 76 p. 100; un sucre qui titre 76° est donc classé sept-neuf; s'il titrait 75°,99 il serait classé sous-sept. Or, d'après les cours commerciaux, les sous-sept se vendent 10 francs de plus par sac que les sept-neuf : donc le sucre qni est classé 76 perd 10 francs par sac pour ur centième de richesse qu'il a *en trop*. Un fabricant qui a 1000 sacs de sucre (ce qui se voit journellement) titrant 76° les vendra 10,000 francs de moins que s'ils ne titraient que 75°,99. Telle est la conséquence de la loi qui nous

régit et les primes qu'elle procure aux basses nuances; que l'on s'étonne maintenant que l'Europe ne veuille pas s'engager avec nous!

« Aussi, l'illustre M. Magne, après une conférence qu'il avait eue avec MM. de Mot, Vion et moi, nous disait-il : « La loi qui régit les sucres, c'est la barbarie. » Mais hélas! la politique ne lui a pas laissé le temps de l'étudier.

« Eh bien! quand il s'agit d'intérêts aussi considérables, on nous donne comme garantie d'analyses faites sans contrôle, l'intervention d'experts de la Bourse, très honorables, mais qui ne savent pas un mot de chimie! N'est-ce pas dérisoire?

« Mais comment a-t-on composé cette commission et lui a-t-on donné un rôle aussi considérable?

« En vertu d'une loi qui a plus de trente ans de date, et qui a été dictée pour des conditions toutes différentes.

« Alors, les sucres se classaient en bonne 4e, fine 4e, etc., et se jugeaient d'après la nuance et le grain pour les ventes commerciales comme pour l'impôt. Chaque jour les experts de la Bourse étaient appelés par le commerce à fixer la valeur des sucres d'après les bases du commerce, l'impôt à payer. Mais aujourd'hui tout a changé : les sucres ne sont plus achetés sur leur nuance, mais sur leur richesse d'après analyse, et l'antique loi n'a plus aucune application raisonnable aux nouvelles conditions des sucres. Appeler des experts du commerce pour contrôler des analyses chimiques dont ils ne savent pas le premier mot, c'est, permettez-moi de le dire, insensé. Aussi, si je suis bien informé, ces messieurs ne veulent plus accepter la responsabilité qu'on a voulu leur donner, et que la lettre de M. Riche leur attribue publiquement. Donc les garanties que la lettre de M. Riche offre à la sucrerie n'existent nullement, et encore une fois le système de la saccharimétrie est détestable.

« Mais, de la lettre de M. Riche il ressort un fait considérable : le mode d'analyse employé par les chimistes du ministère n'est pas le même que celui en usage dans le

commerce. Voici, en effet, les trois analyses de Paris, de M. Pagnoul et de M. Zukowsky.

Laboratoire du ministère.

Sucre cristallisable.	91,40
Matières minérales solubles.	2,66
Substances insolubles.	0,29
Eau, M. V., etc.	5,65
	100,00

« D'où il est résulté un rendement de 78,10.

Analyse de M. Pagnoul.

Sucre cristallisable.	91,50
Sucre incristallisable.	0,09
Cendres	3,17
Eau.	2,70
Matières non déterminées.	2,54
	100,00

« Rendement : 75,56.

Analyse de M. Zukowski.

Sucre cristallisable.	91,20
Sucre incristallisable.	0,05
Cendres	3,168
Eau	2,64
Inconnu	2,942
	100,000

« Rendement au coefficient 5 = 75,31.

« Dès lors, je retire bien volontiers mes expressions « analyses sinon fantaisistes, du moins erronées », et je les remplace, maintenant que M. Riche nous a instruits, par celles-ci : « Les analyses du laboratoire du ministère « du commerce sont faites sur des bases toutes différentes « de celles qui servent au laboratoire officiel d'Arras, aux

« laboratoires de MM. Pagnoul et Zukowski, et à tous les « laboratoires du commerce. »

« Mais ce fait constaté par M. Riche est énorme. Quelle anarchie dans ce système de la saccharimétrie !

« Comment? l'administration nous dit :

« Vous vendez vos sucres à l'analyse : je puis donc « bien établir l'impôt sur l'analyse. » Et l'administration n'a pas pris les méthodes d'analyse du commerce ! De telle sorte que je vends mon sucre au commerce sur une richesse de 75°,435, et je paye l'impôt sur une richesse de 78°,10 !

« Donc, non seulement le système de la saccharimétrie est mauvais dans sa pratique, mais il repose sur une base injustifiable.

« De deux choses l'une : ou que le laboratoire du ministère de commerce prenne les bases commerciales d'analyses, ou que le commerce adopte les bases du laboratoire officiel.

« M. Riche, après avoir expliqué très savamment les différentes méthodes d'analyse, dit :

« L'élévation du titre se conçoit donc, et de pareils faits « pourront se reproduire, tant que les analystes n'adop- « teront pas comme principe la méthode d'essai par dis- « solution, que M. Bardy, directeur du laboratoire cen- « tral des Contributions indirectes, et moi, nous avons « eu l'honneur de soumettre au jugement de l'Académie « des sciences. »

« Eh bien donc, que l'on se mette d'accord ; mais ce n'est pas à l'Académie des sciences qu'il faudrait s'adresser dans cette question toute commerciale, c'est au commerce. Je veux bien croire que la méthode de MM. Riche et Bardy est la meilleure; nous autres fabricants, nous sommes tout disposés à l'adopter, car si elle nous fait payer un peu plus d'impôt, elle nous fera vendre nos sucres plus cher et à leur juste valeur.

« Mais cette concession doit être faite par les raffineurs, et il semble que le ministère du commerce est en position de l'obtenir de ces messieurs.

« Recevez, Monsieur, etc. Marquis d'Havrincourt. »

Il résulte de cette intéressante discussion un fait alors passé inaperçu, et que M. d'Havrincourt fait ressortir comme ignoré dans la fabrication du sucre : c'est que l'analyse des sucres ne s'exécute pas de la même manière dans les laboratoires de l'État et dans les laboratoires des chimistes essayeurs du commerce.

Cependant MM. Riche et Bardy avaient déjà indiqué, dans une note présentée à l'Académie des sciences, quelques mois auparavant (17 juin 1876), la manière d'exécuter les analyses de sucre dans les laboratoires de l'État, et les raisons qui avaient déterminé les chimistes de l'État à modifier l'analyse telle que la pratiquaient les chimistes essayeurs du commerce.

« Aujourd'hui, disent MM. Bardy et Riche dans leur « ***Note sur l'analyse commerciale des sucres bruts***, l'on « se contente de mélanger le sucre à la main, puis on en « pèse 16gr,19 pour l'essai au saccharimètre et 4 grammes « pour le dosage des matières minérales. Comme les su- « cres bruts sont en cristaux humectés de sirop, chacune « de ces prises d'essai diffère des autres et de l'échantil- « lon entier. Nous remédions à cette cause d'erreur en « faisant divers dosages sur une liqueur unique.

« On pèse 80gr,95 de sucre, quantité qui représente le « quintuple de la prise d'essai nécessaire au sacchari- « mètre, on les dissout à froid dans 160 à 180 grammes « d'eau et on laisse déposer. On décante le liquide dans « un ballon jaugé de 250 cent. cubes, on lave quatre ou « cinq fois le premier vase, on complète le volume de « 250 cent. cubes avec de l'eau, et l'on agite le liquide « pour le rendre homogène.

« La liqueur ayant été abandonnée au repos pendant « un quart d'heure environ, on en puise 50 cent. cubes « avec une pipette graduée, on les verse dans un ballon « de 100 cent. cubes, et l'on fait l'essai saccharimétrique « suivant la méthode ordinaire (1). »

Pour le dosage des cendres, on prend 10 cent. cubes

(1) Journal *le Sucre*, 24 octobre 1876.

de la dissolution de sucre, si elle est claire ; dans le cas contraire, on en prend un décilitre que l'on filtre, et sur le liquide filtré on prélève les 10 cent. cubes que l'on évapore dans la capsule de platine où doit se faire l'incinération sulfurique, sur le résidu de l'évaporation à la manière ordinaire.

Cette modification apportée dans la pratique de l'analyse des sucres bruts avait pour but principal de ne pas comprendre dans les matières salines les matières insolubles qui se rencontreraient dans le sucre, qu'une simple filtration séparerait, et qui, dans aucun cas, ne pouvaient annuler du sucre à l'état de mélasse ; cette modification était d'autant plus urgente qu'elle permettait de reconnaître une fraude plusieurs fois produite, qui consistait à mêler adroitement, dans l'échantillon de sucre soumis à l'analyse, une certaine quantité de matière insoluble de nature minérale, comme du sable ou toute autre matière incombustible, dans le but d'augmenter le poids des cendres, de diminuer ainsi le rendement en sucre, calculé d'après l'analyse, et de le faire classer à un droit inférieur à son rendement réel.

Dans tous les cas, la manière de procéder à l'analyse dans les laboratoires de l'État était plus correcte et plus exacte que celle qui était pratiquée dans les laboratoires du commerce, et devait être préférée et acceptée par tous.

Les critiques contre l'analyse n'avaient donc de valeur que pour certains détails de pratique dans l'analyse commerciale des sucres, mais ne pouvaient atteindre les bases mêmes de l'analyse, soit commerciale, soit légale.

Quant aux différences dans le rendement en sucre raffiné, accusé par les deux modes d'analyse, le rendement déduit de l'analyse légale paraissait se rapprocher du rendement réel, mais une entente amiable entre le vendeur et l'acheteur pouvait seule faire remplacer le rendement commercial par le rendement légal.

D'un autre côté, M. le ministre de l'agriculture et du commerce avait nommé une commission composée de

MM. Bardy, directeur du laboratoire central des Contributions indirectes; V. de Luynes, directeur du laboratoire central des Douanes; A. Riche, professeur à l'École de pharmacie, commissaire expert du Gouvernement, et A. Girard, professeur de chimie au Conservatoire des arts et métiers, avec mission de présenter dans un rapport l'exposé des travaux accomplis dans ces dernières années, relativement à l'analyse des sucres commerciaux et à leur rendement au raffinage.

M. A. Girard fut chargé de la rédaction du rapport, qui fut publié au même moment, octobre 1876, où se produisait cette discussion entre M. le marquis d'Havrincourt et M. Riche (1).

Le rapport de M. Girard passe en revue et examine les différents procédés successivement proposés pour l'analyse des sucres, depuis l'application de la mélassimétrie à la vente des sucres bruts, et particulièrement le procédé *Payen-Scheibler-Cunning* (voir le § 14), et le procédé saccharimétrique proprement dit, ou mélassimétrique, employé dans les transactions commerciales, et qui vient d'être décrit.

Après de nombreux essais comparatifs par ces divers procédés, M. A. Girard formule les conclusions suivantes :

« 1° Que les procédés basé sur le lavage des sucres,
« quelle que soit l'ingéniosité dont leurs auteurs ont fait
« preuve, ne peuvent être utilisés que pour la détermina-
« tion du sucre cristallisé que les bruts contiennent, et
« que ces procédés ne peuvent, en l'état actuel de l'indus-
« trie, servir à l'estimation du rendement de ces sucres
« au raffinage ;

« 2° Que la méthode saccharimétrique usitée en France,
« au contraire, tenant compte dans ses opérations des im-
« puretés que les sucres bruts contiennent, peut servir à
« l'évaluation approchée du rendement de ces sucres au
« raffinage, si l'on applique aux nombres que cette mé-

(1) Journal *le Sucre*, 21, 31 octobre, 7 et 14 novembre 1876.

« thode fournit, certains coefficients qu'il paraît possible « de fixer avec une exactitude relative, en se basant à la « fois sur les résultats de l'analyse scientifique et sur les « faits établis par la pratique industrielle ; ces coefficients, « d'ailleurs, n'étant en aucune façon immuables, et pou- « vant se modifier au fur et à mesure que les méthodes « industrielles ou la découverte de faits nouveaux vien- « draient justifier ces modifications;

« 3° Que parmi les diverses méthodes proposées pour « évaluer la richesse des sucres et leur rendement au raf- « finage, celle qui nous paraît se rapprocher le plus de « la vérité est celle qui consiste :

« 1° A mesurer au polarimètre la richesse du sucre brut « en sucre cristallisable sans correction;

« 2° A doser les cendres du sucre par l'incinération sul- « furique, à diminuer de 2/10es le poids trouvé à la ba- « lance, et à retrancher du chiffre de richesse absolue le « poids des cendres ainsi rectifié, en lui appliquant le « coefficient 4;

« 3° A doser le glucose par les liqueurs cupro-alcalines, « et à retrancher de la richesse absolue son poids affecté « du coefficient 2 ;

« 4° A fixer à 1 1/2 p. 100 le déchet du raffinage ;

« 5° Enfin, à supprimer les classes et à percevoir l'im- « pôt au degré de rendement. »

Le rapport de M. A. Girard recommandait également la séparation des matières insolubles et l'incinération sulfurique, en opérant non plus sur le sucre lui-même, mais sur la dissolution claire ou filtrée (1). Ce rapport confir-

(1) Les sucres soumis à l'analyse légale contiennent quelquefois de la chaux ajoutée par fraude; la chaux étant soluble dans les dissolutions sucrées, lorsqu'on traite ces sucres par l'eau pour les dissoudre et en faire l'analyse, la chaux se dissout avec le sucre et sa présence, si l'on n'y prend garde, peut occasionner de graves erreurs dans le dosage des cendres qui s'en trouvent augmentées, et pour la perception du droit qui s'en trouve diminué.

On peut reconnaître la présence de la chaux par l'alcalinité anormale que présente la dissolution ; on peut en doser la quantité par l'hydrotimètre.

M. Bardy conseille le l'éliminer par l'acide carbonique.

mait donc de tout point l'analyse légale, telle qu'elle était pratiquée dans les laboratoires de l'Etat, d'après la loi de 1875, et suivant le règlement d'administration publique qui y avait été annexé, en même temps qu'il en faisait la justification scientifique et expérimentale.

Seulement la cinquième conclusion — supprimer les classes et percevoir l'impôt au degré de rendement — était une disposition nouvelle, très désirable, mais qui n'existant pas dans la loi ne pouvait recevoir d'application que par une loi nouvelle.

Enfin une nouvelle loi, promulguée au ***Journal officiel*** le 14 juillet 1880, réduit les droits sur le sucre à 40 fr. par 100 kilog. de sucre raffiné, supprime les classes et contient les dispositions suivantes en ce qui concerne l'analyse légale :

« Art. 17. — Sont considérés comme sucres raffinés, « pour l'application des droits, les sucres en pains ou « agglomérés de toute forme.

« Sont assimilés aux raffinés, pour l'acquittement des « droits, les sucres en poudre provenant des pays étran- « gers et dont le rendement présumé au raffinage dépasse « 98 p. 100.

« Art. 18. — Les sucres en poudre de toute origine, « non assimilés aux raffinés, autres que ceux auxquels

Il peut aussi exister dans les sucres bruts, soit à l'état de mélange volontaire, soit même naturellement, des matières qui s'y trouvent à l'état insoluble et qui ont cependant une certaine solubilité dans l'eau, telles que le sulfate de chaux. M. Pellet a rencontré des sucres bruts provenant du travail à l'acide sulfureux qui contenaient des quantités notables de sulfite de chaux. Lorsqu'on filtre la dissolution de sucre pour doser les matières insolubles qu'il contient, une partie de ces sels reste sur le filtre ; mais le lavage que l'on doit pratiquer pour doser les matières insolubles peut redissoudre tout ou partie de ces sels, et donner, selon les opérateurs, des quantités variables de matières salines.

Il est admissible que ces sucres étant destinés dans le raffinage à être mélangés à d'autres sucres, les sels qu'ils renferment, se trouvant ainsi disséminés, contribueront comme les sels solubles à augmenter la quantité de mélasse. Il sera nécessaire, pour rendre l'analyse exacte et applicable à la raffinerie, d'opérer le lavage des matières insolubles jusqu'à ce qu'il n'y reste plus de ces sels.

« s'applique le droit spécial de 14 fr. édicté par la pré-
« sente loi (sucre de mélasses libérées, raffinerie), sont
« imposés d'après leur rendement présumé au raffinage,
« sous la déduction à titre de déchet de 1 1/2 p. 100 de
« ce rendement. Sont également pris en charge d'après
« leur rendement présumé au raffinage et sous la même
« déduction, pour l'application du régime de l'admission
« temporaire créé par la loi du 7 mai 1864, les sucres
« non raffinés indigènes ou coloniaux, et les sucres non
« raffinés étrangers qui sont importés directement des
« pays hors d'Europe.

« Dans l'un et l'autre cas, quel que soit le rendement
« présumé, les sucres ne peuvent être frappés des droits
« ou reçus en admission temporaire pour un rendement
« supérieur à 98 p. 100, ni pour un rendement inférieur
« à 65 p. 100, le déchet de 1 1/2 p. 100 non compris.

« Le rendement présumé au raffinage continuera d'être
« établi sans fraction de degré au moyen de l'analyse
« polarimétrique et de la déduction des cendres et du
« glucose. Les coefficients des réfractions à opérer sur le
« titre saccharimétrique sont fixés à 4 p. 100 pour les
« cendres et à 2 p. 100 pour le glucose.

« Dans le cas de recours à l'expertise légale, les titrages
« constatés par les laboratoires de l'Administration seront
« maintenus, lorsque les différences en plus ou en moins
« reconnues par les commissaires experts n'atteindront
« pas 1 degré. »

Tel est l'état présent de l'analyse légale des sucres au moment de la publication de ce volume (avril 1883). Elle donne encore lieu à de nombreuses réclamations.

La sucrerie indigène lui reproche de favoriser les sucres exotiques par le coefficient glucosique porté à 2, qui est beaucoup trop élevé.

Elle reproche aux laboratoires de la Douane, placés sous son égide, de favoriser les mêmes intérêts au détriment de la perception de l'impôt, en pratiquant pour le dosage des cendres la méthode de l'analyse commerciale, c'est-à-dire en prélevant le sucre à incinérer en nature, et non,

comme le font les laboratoires de l'Administration des impôts indirects, sur la dissolution de sucre filtrée, c'est-à-dire sur le sucre débarrassé de toutes les matières insolubles qui peuvent augmenter la quantité de cendres, seule méthode qui puisse donner des résultats exacts.

On ne peut comprendre que deux administrations de l'État, et parallèles, poursuivant le même but, opérant sur les mêmes matières, puissent employer deux méthodes différentes, alors que l'une est reconnue scientifiquement et pratiquement inexacte.

CHAPITRE IV.

Analyse chimique industrielle des matières sucrées considérée au point de vue des progrès à réaliser dans la fabrication et le raffinage des sucres de betteraves et de cannes.

L'étude qui précède a fait connaître les procédés qui ont été successivement employés dans l'analyse des matières sucrées jusqu'à notre époque.

On a vu que ces procédés allaient toujours en se perfectionnant selon les progrès réalisés par la chimie.

On a pu juger de leur importance dans les industries du sucre, par les découvertes qu'ils ont provoquées, les progrès qu'ils ont amenés, enfin par la position qu'ils ont prises dans les transactions commerciales et dans les perceptions fiscales.

Au point ou en est arrivée cette étude, il devient possible d'établir une méthode analytique plus complète des matières sucrées en cours de travail dans la fabrication et le raffinage des sucres.

Cette méthode d'analyse, que je désignerai dans cet ouvrage sous le nom d'*analyse chimique industrielle*, doit avoir pour but, non seulement d'éclairer le fabricant et le raffineur sur la valeur de leurs opérations, sur les pertes en sucre qu'ils éprouvent, mais encore sur les problèmes à poser et à résoudre pour atteindre une perfection plus grande dans leurs travaux.

En effet, l'analyse chimique industrielle ne doit pas seulement comme l'analyse commerciale et l'analyse légale se borner à de simples constatations et dosages ; elle doit éclairer le choix des procédés, la marche des opérations, en contrôler les résultats, en constater le côté défectueux, et y trouver le remède.

Pour atteindre ce but, l'analyse chimique industrielle doit posséder toutes les connaissances acquises dans l'analyse des matières sucrées, mais encore toutes les données acquises dans le travail manufacturier des sucres ; elle ne

doit pas se borner à l'emploi d'une seule méthode d'analyse, mais, au contraire, utiliser toutes les méthodes qui peuvent conduire à éclairer les questions qu'elle étudie et qu'elle entreprend de résoudre. C'est à l'étude de l'analyse ainsi comprise que ce chapitre est consacré.

Les matières sucrées en cours de travail se présentent sous des formes différentes ; les unes sont solides, telles que la betterave, la canne à sucre, les pulpes, les écumes, la bagasse, les sucres ; les autres sont liquides, telles que les jus, sirops et mélasses; ou demi-fluides, telles que les masses cuites.

Eu égard à leur analyse industrielle, ces matières sucrées seront divisées en deux classes : la première comprendra les matières sucrées liquides, semi-liquides et solides, solubles dans l'eau, telles que jus, sirops, masses cuites, sucres, mélasses; la deuxième classe comprendra les matières sucrées, en partie seulement solubles dans l'eau, telles que betteraves, pulpes, écumes, cannes à sucre, bagasse, etc.

PREMIÈRE DIVISION.

DES DIFFÉRENTES OPÉRATIONS DANS L'ANALYSE CHIMIQUE INDUSTRIELLE DES MATIÈRES SUCRÉES EN COURS DE TRAVAIL ET PARTICULIÈREMENT DE LA MÉLASSE DANS LA FABRICATION ET LE RAFFINAGE DES SUCRES DE BETTERAVES ET DE CANNES.

Les matières sucrées en cours de travail dans la fabrication et le raffinage des sucres de betteraves et de cannes comprises dans cette première division, telles que jus, sirops, masses cuites et mélasses, ont pour caractère commun d'être solubles dans l'eau; par conséquent, elles peuvent toutes être ramenées à un volume de dissolution contenant une quantité déterminée de la matière sucrée à analyser, et la même méthode d'analyse peut leur être appliquée.

Tout ce qui sera prescrit pour l'analyse d'une seule de

ces matières sucrées en dissolution dans l'eau sera donc applicable à toutes les autres.

L'analyse de la mélasse ayant déjà conduit, comme je l'ai déjà démontré, à la création de deux industries importantes, on est en droit d'en conclure que c'est encore dans la mélasse qu'il faut chercher le contrôle d'une bonne fabrication, la valeur des procédés et des éléments nouveaux de progrès. Je prendrai donc comme exemple d'analyse chimique industrielle l'analyse de la mélasse, et, parmi les mélasses, de préférence la mélasse de betterave, comme la matière sucrée dont la composition est la plus complexe.

Dans l'exposition de cette analyse, j'indiquerai sommairement les procédés déjà décrits, en renvoyant pour plus de détails à la description déjà donnée, et je décrirai plus longuement et avec plus de soin les procédés dont la description n'a point été précédemment donnée.

J'emprunterai au laboratoire Dubrunfaut la plus grande partie des moyens d'analyse qui y ont été employés sous ma direction, de 1840 à 1850 et de 1873 à 1881; et lorsqu'il seront insuffisants pour compléter l'analyse chimique industrielle telle qu'elle doit être comprise et appliquée, j'aurai recours aux données fournies par d'autres chimistes, en en faisant connaître l'origine.

L'analyse chimique industrielle, prise dans sa généralité, comprend deux sortes d'opérations. La première constitue les opérations pratiques du laboratoire.

La seconde comprend les opérations de calcul basées sur les nombres obtenus, dans le but d'établir des moyens de comparaison : 1° entre les différents composants de la matière sucrée analysée; 2° entre les nombres obtenus des différentes analyses entre elles, soit pour les matières sucrées de même origine, comme la mélasse de fabrique de sucre de betterave; 3° entre les matières sucrées d'origine différente, comme la mélasse de sucrerie de canne, ou les mélasses de raffinerie de ces différents sucres; 4° enfin entre les matières sucrées en cours de

travail dans les industries, afin d'en déterminer la valeur relative.

L'analyse chimique industrielle comprend donc deux sortes d'opérations : 1° des opérations de laboratoire; 2° des opérations de calcul.

La première partie de cette première division comprendra les opérations de laboratoire;

La seconde partie, les opérations de calcul.

PREMIÈRE PARTIE.

OPÉRATIONS DE LABORATOIRE DANS L'ANALYSE CHIMIQUE INDUSTRIELLE DES MATIÈRES SUCRÉES ET PARTICULIÈREMENT DE LA MÉLASSE.

L'analyse chimique industrielle de la mélasse et des matières sucrées comprend les opérations de laboratoire suivantes :

I. — Constatation de la densité;
II. — Dosage de l'eau et de la matière sèche;
III. — Dosage des différents sucres;
IV. — Dosage des différents sels et des matières autres que le sucre, considérés dans leur ensemble;
V. — Dosage des bases et des acides pris isolément.

Chacune de ces divisions comporte des subdivisions désignées sous un numéro d'ordre non interrompu comprenant l'ensemble des opérations.

I. — *Constatation de la densité.*

La constatation de la densité comprend les opérations suivantes :

1° La densité de la mélasse, telle qu'elle se trouve;

2° La densité au densimètre de Gay-Lussac, d'une dissolution de la même mélasse dans de l'eau contenant 100 grammes de mélasse par litre de dissolution.

II. — *Dosage de l'eau et de la matière sèche.*

La constatation de la quantité d'eau comporte :

3° Le dosage de l'eau par la dessiccation complète;

4° Le dosage, par suite, de la matière sèche;

5° Les caractères particuliers que présente la mélasse pendant sa dessiccation.

III. — *Dosage des différents sucres.*

Le dosage des différents sucres comprend :

6° Le dosage du sucre cristallisable par la saccharimétrie optique, avec la notation directe;

7° Le dosage du sucre cristallisable après inversion, par la liqueur alcalino-cuprique (procédé Barreswil);

8° Dosage des sucres réducteurs par la méthode alcalino-cuprique ;

9° Dosage du glucose existant à l'état de sucre par la méthode alcaline (Dubrunfaut), sucrate de chaux;

10° Dosage des dérivés du glucose par la méthode alcalino-cuprique.

IV. — *Dosage des différents sels et des matières organiques.*

Le dosage des sels et des matières organiques comprend :

11° Le dosage des sels par l'incinération sulfurique, méthode Scheibler;

12° Le dosage des matières organiques par différence.

V. — *Dosage des bases et des acides pris séparément.*

13° Le titre alcali libre ou à l'état de carbonate, et le titre acide ;

14° Le dosage des sels à acides organiques à base de potasse et de soude réunis, en degrés alcalimétriques sulfuriques ;

15° Le dosage des sels à acides organiques à base de chaux et de magnésie réunis, en degrés alcalimétriques;

16° Le dosage de la chaux et de la magnésie titrées ensemble comme chaux, CaO, ou séparément;

17° Dosage du chlore dans le chlorure de potassium;

18° Dosage de l'acide sulfurique existant à l'état de sulfate de potasse:

19° Dosage de l'acide phosphorique dans les phosphates;

20° Dosage de l'azote sous ses différents états.

Ainsi, l'analyse chimique industrielle des matières sucrées solubles dans l'eau, en cours de travail industriel, pour être complète, comporte donc 20 opérations de laboratoire. Chacune de ces opérations va être décrite avec détail, de manière à les rendre faciles à pratiquer, dans l'ordre où elles viennent d'être énumérées.

§ 17.

DÉTERMINATION DE LA DENSITÉ.

La densité dans l'analyse des mélasses des sucreries et des raffineries se constate à l'aide du densimètre de Gay-Lussac, en opérant à 15° de température; mais le plus souvent, au lieu du densimètre, on emploie généralement dans le commerce et encore dans beaucoup de laboratoires, l'aréomètre de Baumé, qui ne donne pas directement la densité, mais un degré avec lequel il est facile, à l'aide d'une table de rapports entre l'échelle de l'aréomètre Baumé et le densimètre de Gay-Lussac, de trouver la densité réelle.

Divers chimistes se sont élevés contre l'emploi de l'aréomètre Baumé; ils ont proposé de ne plus s'en servir, et de le remplacer exclusivement par le densimètre; mais jusqu'à présent le commerce a persisté dans son emploi; il est indispensable, pour être compris, de tenir compte des usages généralement adoptés.

Dans les analyses contenues dans ce travail, il sera fait usage de l'aréomètre de Baumé pour les mélasses telles qu'elles se trouvent en fabrication ou dans le commerce, et les nombres inscrits indiqueront des degrés Baumé. Il suffira, pour en connaître la densité réelle, de se reporter au tableau qui se trouve à la fin de ce § 17, qui établit le rapport des degrés Baumé à la densité réelle. Pour les mélasses étendues d'eau de manière à contenir 100 grammes de mélasse par litre, cette dissolution étant destinée à l'analyse, la densité en sera déterminée au moyen du densimètre de Gay-Lussac.

La constatation de la densité, soit indirectement par l'aréomètre Baumé, soit directement par le densimètre est indispensable ; elle a surtout pour but d'établir un point de comparaison entre les différentes mélasses soumises à l'analyse.

Le commerce a admis comme base de ses transactions, pour la densité normale de la mélasse marchande, le degré Baumé 40° à 15° de température ; il ne représente pas le degré de la mélasse telle qu'elle sort de l'épuration du sucre de la dernière cristallisation, mais bien le degré de la mélasse telle qu'elle sort de l'épuration du sucre de la dernière cristallisation par le turbinage et le clairçage.

Avant l'emploi de la turbine dans la fabrication et le raffinage des sucres, les sirops qui sortent de l'égouttage de la masse cuite cristallisée en dernier jet étaient une véritable mélasse constituée exclusivement des principes ayant refusé de cristalliser dans les conditions ordinaires de la fabrication.

Dès l'année 1830 (1), Dubrunfaut, se basant sur cette observation que plus un sirop de sucrerie ou de raffinerie, surtout le sucre de betterave, a subi de cristallisations successives, plus est grande la densité du sirop qui s'écoule de la dernière cristallisation, et admettant que ce surcroît de densité ne pouvait être dû qu'à des matières étrangères au sucre, avait été conduit à proposer l'aréomètre

(1) Dubrunfaut, *Agriculteur manufacturier*, tome I, p. 76, 1830.

de Baumé comme un moyen de reconnaître la valeur relative des sirops de sucrerie et de raffinerie en cours de abrication (1).

Ainsi, au moyen de l'aréomètre Baumé on pouvait établir la hiérarchie et la pureté relative suivante entre les sirops de raffinerie :

En partant de cette base qu'une dissolution saturée de sucre pur à la température ordinaire marque au pèse-sirop Baumé. . . . . 36°

Les différents sirops de raffinerie dans les mêmes conditions marquent au pèse-sirop Baumé, désignés alors sous le nom de sirops couverts de 4 cassons.	37°,3
Sirops couverts de lumps	38°,5
— verts de 4 cassons	39°
— — de lumps	41°,2
Mélasse	43°,3(1).

Alors on se contentait d'épuiser les sirops de raffinerie par trois cristallisations successives, aujourd'hui on pousse l'épuisement des sirops de bas produits par cristallisation jusqu'à 5 et 6 jets, et en sucrerie jusqu'en 3e jet, en maintenant le dernier en cristallisation pendant quatre à cinq mois à une température de 40 à 45° centigrades : le sirop qui s'écoule naturellement de la dernière cristallisation marque au moins 45 à 46° Baumé à 15°. En réalité, la densité de ce sirop sera d'autant plus grande que la mélasse aura subi un plus grand nombre de cristallisations.

La turbine étant maintenant généralement appliquée et le sirop sortant de la turbine étant toujours étendu d'une certaine quantité d'eau ajoutée à la masse cristallisée pour en faciliter le turbinage, ne peut plus représenter la composition exacte de la mélasse telle que la donnerait l'égouttage. L'aréomètre de Baumé, employé seul, ne peut plus être utilisé pour déterminer la valeur relative des sirops et même des mélasses entre elles, mais seulement comme

(1) Dubrunfaut, *Agriculteur manufacturier*, tome I, p. 78, 1830.

point de comparaison entre des mélasses à différentes densités.

Le commerce admet comme base de ses transactions 40° Baumé : à ce degré, un hectolitre de mélasse pèse 1384 kilogrammes, ou 1384 grammes le litre.

Chaque degré au-dessus de 40° donne lieu à une plus-value de 2 p. 100.

Chaque degré au-dessous de 40° donne lieu à une moins-value de 2 1/2 p. 100 (1).

Ces données sont essentielles à connaître lorsqu'il s'agit de faire l'analyse d'une mélasse au point de vue commercial; mais s'il s'agissait d'en établir la composition chimique, comparativement avec d'autres mélasses, il serait indispensable, pour avoir des nombres comparables entre eux de dissoudre ces différentes mélasses dans une même quantité d'eau en poids.

Il arrive quelquefois que la mélasse présente une telle visquosité, ou une telle densité, qu'il est impossible de constater son degré à l'aréomètre : tel est le cas des masses cuites imparfaitement cristallisées ; dans ce cas, on peut avoir recours à la balance sous un volume déterminé, soit par exemple un décilitre : le poids trouvé multiplié par 10 donne le poids du litre, c'est-à-dire la densité réelle.

Dans l'analyse chimique industrielle, la mélasse doit être étendue d'eau, ainsi qu'il sera indiqué plus loin, de manière à obtenir une dissolution contenant 100 grammes de mélasse par litre. Il est nécessaire de constater la densité de cette dissolution au moyen du densimètre de Gay-Lussac.

Cette densité permet de déterminer, au moyen des tables données au chapitre II, § 8, la richesse en sucre d'une dissolution de sucre pur ayant la même densité et par suite le *quotient de pureté apparent* (Balling, Brix, Stammer).

Les opérations de densité dans l'analyse des mélasses comprennent donc :

(1) *Sucrerie indigène*, octobre 1873. Procès-verbal des séances du comité de l'association des distillateurs.

1° Le degré de la mélasse, lorsqu'il est possible, à l'aréomètre de Baumé à 15°. La mélasse prise pour exemple de l'analyse présente donnait 41°,2 Baumé.

2° La densité au densimètre de Gay-Lussac, à 15° centigrades, de la dissolution de mélasse au 1/10 donnait 1032 Gay-Lussac.

L'emploi de ces divers instruments exige certaines précautions qu'il ne faut pas négliger, pour constater le degré réel avec précision ; on ne peut mieux faire, pour indiquer ces précautions trop souvent méconnues ou ignorées, que de reproduire textuellement une note de Dubrunfaut, ayant pour titre : ***Précautions à prendre en faisant des observations aréométriques.*** Quoique les recommandations qu'elle contient datent de 1830, elles n'en ont pas moins leur degré d'utilité et même d'actualité.

Précautions à prendre en faisant des observations aréométriques.

« Les observations aréométriques que l'on fait dans les
« ateliers, soit sur les sirops, soit sur les alcools et autres
« liquides, sont entachées le plus souvent d'inexactitudes
« qui tiennent au défaut de soins du manipulateur. C'est
« pourquoi nous croyons convenable d'indiquer ici les
« précautions à prendre dans ce genre d'essai.

« L'aréomètre doit être bien propre et bien essuyé. Il
« faut déposer le liquide à examiner dans un vase propre
« et assez large pour que l'aréomètre puisse y plonger
« sans gêne ; il suffit pour cela d'un tube de verre ou de
« fer-blanc d'un diamètre un peu plus grand que la partie
« renflée de l'aréomètre.

« Il faut en outre maintenir le tube dans une position
« bien verticale, et s'arranger de manière à ce qu'il soit
« plein de liquide quand l'aréomètre se trouve à son point
« d'équilibre : alors on observe ce point.

« Cette observation présente des causes d'incertitude,
« à cause d'un phénomène de capillarité entre le verre et

« le liquide mis en expérience. On remarque en effet que « le liquide monte le long des parois du tube de l'aréo- « mètre, à une hauteur d'autant plus grande que le liquide « est moins dense; ainsi ce phénomène est plus sensible « pour l'alcool que pour un sirop concentré.

« Dans tous les cas, cette ascension de liquide est sen- « sible, et la coupe de la partie soulevée présente une « courbe régulière.

« Pour observer le degré de l'aréomètre, il faut affleu- « rer la surface du liquide avec le rayon visuel, et lire « ainsi le degré qui se trouve à l'intersection du cylindre « de l'aréomètre avec la surface du liquide. On voit que « l'on met ainsi en dehors la portion de liquide soulevée « par la force capillaire. L'exactitude dans ce mode d'ob- « servation exige que le vase dans lequel l'on opère soit « plein comble, car lorsqu'on opère dans un vase de verre « l'ascension du liquide sur les parois du vase et les dé- « fauts du verre rendent encore les observations inexactes.

« En faisant l'observation comme je viens de l'expli- « quer, on remarque que les divisions de l'échelle de « l'aréomètre qui baignent dans le liquide paraissent être « plus petites que celles qui se trouvent en dehors, et par « conséquent plus petites qu'elles ne le sont réellement. « Cette illusion dépend d'un phénomène de réfraction « très connu des physiciens, et il faut que l'observateur « en fasse la correction ; ainsi il faut qu'il mesure à l'œil « la distance qui sépare le point d'affleurement du pre- « mier degré, vu sans illusion au dehors du liquide, et « qu'il évalue cette distance en degrés de l'instrument.

« Les observations faites avec ces précautions donnent « toujours des résultats identiques, tandis qu'elles peu- « vent présenter des différences de 1 et même de 2 de- « grés quand on les fait sans soins.

« Une faute que commettent souvent, pour ne pas dire « toujours, les ouvriers dans les ateliers, est de prendre « l'aréomètre avec les mains sales, de laisser sa tige « souillée de matières étrangères ou au moins mouillée, « quand ils ont eu la précaution de le laver. En outre, ils

« plongent l'instrument sans soin dans le liquide à peser,
« de sorte qu'avant de prendre son point d'équilibre il
« oscille et se recouvre de liquide à une hauteur plus ou
« moins grande. Toutes ces circonstances augmentent la
« densité de l'instrument et indiquent par cela même
« pour les liquides des densités trop faibles. Les erreurs
« provenant de ces négligences s'élèvent souvent à plus
« de 1 degré, ainsi que j'ai eu l'occasion de le reconnaître
« fréquemment.

« Une circonstance dont les observateurs tiennent trop
« rarement compte, c'est l'influence de la .température
« des liquides sur leur densité, et par conséquent sur leur
« titre aréométrique.

« Pour les solutions sirupeuses, on compte ordinaire-
« ment 4° Baumé entre les températures 18° et 100° centi-
« grades. Cette méthode, qui ne présente pas une grande
« exactitude, est cependant suffisante pour les besoins
« des ateliers. Quand on tiendra à avoir une observation
« aréométrique exacte, le mieux sera de la prendre au
« tempéré, c'est-à-dire à la température de l'eau de puits,
« soit 13° centigrades; à cet effet, on fera refroidir le
« liquide à examiner dans l'eau de puits jusqu'à ce qu'il
« en ait pris la température, et alors on fera l'obser-
« vation. »

1° *Préparation de l'échantillon de mélasse destiné à l'analyse.*

La mélasse, telle qu'on l'obtient par la turbine ou par un égouttage spontané, contient quelquefois en suspension des cristaux de sucre très fins ; lorsqu'elle présente ce caractère, ou qu'elle n'est pas homogène dans toutes ses parties, il est nécessaire, avant de procéder à son analyse, de la chauffer au bain-marie d'eau, afin de dissoudre tout ce qu'elle tient en suspension, pour avoir un échantillon identique dans toutes ses parties.

Les différents dosages qui viennent d'être indiqués

comme faisant partie d'une analyse complète de la mélasse peuvent et doivent autant que possible se faire sur une même dissolution de mélasse ; à cet effet, on pèse dans une capsule en verre, en porcelaine ou en platine, par la méthode des doubles pesées (1), 100 grammes de mélasse que l'on délaye dans l'eau distillée légèrement tiède, pour aider à la dissolution, et l'on ajoute assez d'eau distillée pour compléter 500 cent. cubes à la température de 15° centigrades.

Cette dissolution est partagée en deux parties égales de 250 cent. cubes chacune.

L'une, désignée sous le nom de ***dissolution normale A***, destinée aux opérations d'analyse qui exigent que la mélasse y soit employée sans aucun changement dans sa composition, soit par exemple pour la constatation de sa densité, le dosage des sels. L'autre partie, désignée ***dissolution normale B***, devra être neutralisée, c'est-à-dire que si la mélasse est alcaline ou acide, l'alcali ou l'acide devront être saturés avant d'être employés, soit par exemple dans le dosage des sucres.

Ces deux dissolutions A et B, représentant chacune 250 cent. cubes, seront étendues d'eau distillée, de manière à former un volume chacun de 500 cent. cubes, représentant chacun 50 grammes de mélasse, soit une dissolution au dixième, dont il a été question page 279. Mais pour la dissolution B, la neutralisation par une liqueur acide ou alcaline, selon que la mélasse est alcaline ou acide, devra être faite avant que la dissolution n'ait été complétée au volume de 500 cent. cubes, de manière à ce que le liquide nécessaire à la neutralisation se trouve compris dans le volume de 500 cent. cubes.

Il faut avoir soin, dans les différentes mesures et manipulations que nécessitera la mise au volume de 500 cent. cubes de chacune de ces deux dissolutions, qu'il ne s'en

(1) La méthode des doubles pesées ou de substitution est due au célèbre physicien Borda, elle doit être appliquée à toutes les pesées de l'analyse, comme la seule pesée exacte.

perde aucune goutte, afin que chaque dissolution contienne bien 50 grammes de mélasse. Lorsque ce volume de 500 cent. cubes est complété, comme il ne doit plus changer, et que tous les nombres de l'analyse doivent se rapporter à un litre de cette dissolution, c'est-à-dire à 100 grammes de mélasse, il n'y a plus d'importance à en distraire ou à perdre des fractions de ce volume.

On se sert de ces deux dissolutions pour toutes les opérations de l'analyse, en prélevant, pour chaque dosage, un volume déterminé à l'aide de vases-mesures, tels que ballons, pipettes, burettes, éprouvettes, etc., etc., d'une contenance variant avec les besoins de l'analyse, en se basant sur les données suivantes :

1 cent. cube de ces dissolutions contient en mélasse.	0gr,10.
100 cent. cubes de ces dissolutions contiennent en mélasse	10 grammes.
1000 cent. cubes ou un litre de ces dissolutions contiennent en mélasse.	100 —

Les nombres obtenus par l'analyse, quel que soit le volume employé dans l'expérience, devront toujours être ramenés à un litre ou à 100 grammes de mélasse.

Si la dissolution de la mélasse dans l'eau distillée était trouble, ce qui arrive quelquefois, il serait nécessaire de la filtrer, afin de pratiquer toutes les opérations de l'analyse sur un liquide parfaitement limpide et homogène.

Cette filtration peut également être utile pour le dosage des matières insolubles que contiendrait la mélasse.

2° *Séparation par filtration des matières insolubles, et leur dosage.*

Il arrive quelquefois que les mélasses, par accident ou négligence, contiennent des matières insolubles en suspension.

Il arrive aussi que des mélasses parfaitement limpides à

la densité ordinaire de la mélasse se troublent lorsqu'on les étend d'eau, même d'eau distillée; cela arrive surtout lorsque ces mélasses ont un certain degré d'alcalinité et qu'elles contiennent des sels de chaux en excès; ce trouble est causé par du carbonate de chaux en suspension, formé par la réaction du carbonate alcalin sur les sels de chaux, réaction qui n'a pas lieu lorsque la mélasse est très dense et qui ne se produit qu'à une densité moins grande.

Lorsque la mélasse présente ce caractère, il est nécessaire de filtrer la dissolution destinée au titrage des sels.

Dans des mélasses présentant ce caractère et contenant 0,55 de chaux pour 100 grammes, titrant 21° alcalimétriques, étant étendues d'eau au 1/10e et filtrées, j'ai vu la chaux réduite à 0,34, et l'alcali réduit à 15 degrés.

Le dosage exact de la chaux saline ayant une grande importance dans le travail des sirops et mélasses, comme cela sera démontré dans la suite, rend obligatoire, dans ce cas, la filtration de la dissolution au 1/10e destinée à servir au dosage des sels solubles.

Les matières insolubles, lorsqu'elles existent en quantité notable, doivent être recueillies sur un double filtre, bien lavées, puis séchées et pesées à la manière ordinaire. Le poids trouvé représenterait, pour chacune de ces deux dissolutions, le poids des matières insolubles contenues dans les 50 grammes de mélasse employés pour chaque dissolution, et ce poids doit être déduit des 50 grammes employés, de telle sorte que si ce poids, par exemple, s'élève à 1 gramme, la dissolution ne contiendra plus que 49 grammes de mélasse, et il sera nécessaire de tenir compte de cette différence dans toutes les opérations où cette dissolution sera employée ; il arrive rarement que la quantité de matière insoluble soit suffisante pour qu'il soit nécessaire d'en tenir compte; mais il arrive assez souvent que la filtration est nécessaire.

On opère, comme il vient d'être dit, pour toutes les matières sucrées comprises dans cette 1re division, soit

sirops, masses cuites et sucres, en prenant toujours pour point de départ 100 grammes de matière sucrée à analyser par litre de dissolution destinée aux opérations de l'analyse.

3° *Rapport comparatif des degrés de l'aréomètre Baumé avec la densité à 15°, d'après Gay-Lussac.*

En prenant pour point de départ de la graduation de l'aréomètre de Baumé, suivant les données de Gay-Lussac pour 0° de l'aréomètre, le point d'affleurement dans l'eau distillée à 15° centigrades, dont l'unité de volume pèse 999gr,116, et comme point extrême le degré 66, point d'affleurement de l'acide sulfurique, également à 15°, c'est-à-dire dans l'unité de volume pesant 1842gr,800, on obtient le rapport suivant entre les degrés Baumé et la densité (1).

(1) Vivien, *Traité complet de la fabrication du sucre en France*, tome I, p. 70, 1876.

Cette table a déjà été donnée page 167 pour une température de zéro. Nous la reproduisons ici d'après M. Vivien pour une température de 15° centigrades, c'est-à-dire pour une température toujours facile à réaliser dans le laboratoire et qui par conséquent donne directement des nombres exempts de correction.

DEGRÉS Baumé.	DENSITÉ.	DEGRÉS Baumé.	DENSITÉ.	DEGRÉS Baumé.	DENSITÉ.
0°	1,0000	26°	1,2198	52°	1,5633
1°	1,0069	27°	1,2301	53°	1,5804
2°	1,0140	28°	1,2407	54°	1,5978
3°	1,0212	29°	1,2515	55°	1,6158
4°	1,0285	30°	1,2624	56°	1,6342
5°	1,0358	31°	1,2736	57°	1,6529
6°	1,0434	32°	1,2849	58°	1,6720
7°	1,0509	33°	1,2965	59°	1,6916
8°	1,0587	34°	1,3082	60°	1,7116
9°	1,0665	35°	1,3202	61°	1,7322
10°	1,0744	36°	1,3324	62°	1,7532
11°	1,0825	37°	1,3447	63°	1,7748
12°	1,0907	38°	1,3574	64°	1,7969
13°	1,0990	39°	1,3703	65°	1,8195
14°	1,1074	40°	1,3834	66°	1,8428
15°	1,1160	41°	1,3968	67°	1,8666
16°	1,1247	42°	1,4105	68°	1,8911
17°	1,1335	43°	1,4244	69°	1,9162
18°	1,1425	44°	1,4386	70°	1,9420
19°	1,1516	45°	1,4551	71°	1,9687
20°	1,1608	46°	1,4678	72°	1,9957
21°	1,1702	47°	1,4828	73°	2,0237
22°	1,1798	48°	1,4984	74°	2,0525
23°	1,1896	49°	1,5141	75°	2,0821
24°	1,1994	50°	1,5301		
25°	1,2095	51°	1,5466		

§ 18.

II.

DOSAGE DE L'EAU ET DE LA MATIÈRE SÈCHE.

3° *Dosage de l'eau par dessiccation complète.*
4° *De la matière sèche.*

La détermination de l'eau contenue dans les matières sucrées, et particulièrement dans la mélasse, présente, pour être exacte et correcte, certaines difficultés, et exige un temps assez long.

La dessiccation a lieu à l'étuve, à l'huile ou au gaz, à courant d'air, à la température de 110 degrés centigrades. « L'opération est lente, » dit M. Aimé Girard, et de toutes celles que comprend la saccharimétrie, on doit la considérer comme la moins certaine (1).

Diverses méthodes ont été proposées; toutes ont pour but de dégager l'eau de la matière sucrée à analyser, et de constater la perte en poids, en pesant la matière sucrée avant et après dessiccation ; la différence entre les deux pesées représente la quantité d'eau contenue dans le poids de la matière analysée, que l'on traduit ensuite en centièmes.

M. Otto-Wendel a fait diverses expériences pour vérifier l'exactitude des moyens généralement employés en Allemagne, et il a obtenu les résultats suivants (2) :

1° *Méthode Stammer.* — La méthode recommandée par le Dr Stammer consiste, lorsqu'on opère, par exemple, sur le jus de betterave ou tout autre liquide sucré, à l'évaporer dans une capsule de platine de 10 centimètres de diamètre sur 2 centimètres de hauteur, préalablement

(1) Rapport au ministre de l'agriculture et du commerce sur les procédés saccharimétriques et le rendement des sucres bruts au raffinage, au nom d'une commission composée de MM. Bardy, de Luynes, Riche et Aimé Girard, rapporteur.

(2) *Journal des fabricants de sucre* du 27 février 1878.

arée. On pèse, par exemple, 2 grammes de jus, et l'on fait évaporer au bain-marie ou au bain d'air chaud.

Cette méthode donne des résultats exacts avec des dissolutions de sucre pur : après 8 heures de dessiccation, il se forme une couche mince, fendillée, qui représente exactement le poids du sucre pur employé. Il n'en est plus de même lorsqu'on mélange à la dissolution sucrée des sels analogues à ceux que l'on rencontre dans les jus, sirops et mélasses, avec de la gomme : il se forme une couche épaisse à la surface de la solution qui empêche l'évaporation de l'eau, et après 55 heures, l'eau n'était pas encore évaporée complètement.

2e *Méthode.*—En mélangeant le liquide à analyser avec du sable calciné, de manière à multiplier les surfaces d'évaporation, on obtient dans l'étuve à courant d'air chauffé à 100°, en 22 ou 27 heures, une dessiccation complète, aussi bien avec les dissolutions sucrées impures qu'avec les dissolutions de sucre pur.

3e *Méthode.* — Enfin, la troisième méthode expérimentée par M. Otto-Wendel repose sur l'emploi de l'appareil Liebig, c'est-à-dire sur un courant d'air desséché provoqué à l'aide d'un aspirateur, sur la substance placée dans un tube de verre et chauffée à 100°. — Cette méthode réussit également.

En résumé, selon M. Otto-Wendel, la méthode de dessiccation avec le sable paraît être la meilleure.

Cette dernière méthode est généralement adoptée en France dans les laboratoires de sucrerie.

4e *Méthode.* — MM. Commerson et Laugier, dans leur *Guide pour l'analyse des matières sucrées* (1), disent, à propos de la dessiccation des mélasses, que « la viscosité « de la masse s'oppose au départ de l'eau, et le ralentit « tellement que la dessiccation demande 24 heures et plus, « à la température de 100° à 110°. Cette température, « maintenue pendant un aussi long temps, modifie les di-

(1) Commerson et Laugier, *Guide pour l'analyse des matières sucrées*, 2e édition, p. 71, 1878.

« vers éléments de la mélasse, et l'on ne peut rien con-
« clure du résultat obtenu. »

Le mélange de la mélasse avec du sable fin, du verre pilé, de la silice, pour hâter la dessiccation, est encore défectueux, selon MM. Commerson et Laugier, « en ce que « l'air atmosphérique modifie par oxydation la composi- « tion de la mélasse ; il convient d'opérer dans un courant « d'air inerte, tel que l'hydrogène ou le gaz d'éclairage « purifié. Grâce à l'entraînement produit par le courant, « on peut ainsi opérer à une température plus basse que « celle de l'étuve. »

Ces messieurs recommandent, à cet effet, un appareil imaginé par M. Laugier, dans lequel la mélasse est desséchée à 70° ou 80°, dans un courant de gaz épuré et desséché.

5e *Méthode*. — M. Henri Le Docte recommande la dessiccation des matières sucrées dans le vide, à l'aide d'un appareil simple de son invention, dans lequel il obtient un vide de 73 centimètres à l'aide d'un courant d'eau; les masses cuites, sirops et mélasses, mélangées à de la silice, peuvent être desséchées à 60° sans altération, en moins de 2 heures (1).

6e *Méthode*. — Dubrunfaut a fait pratiquer dans son laboratoire une méthode de dessiccation des matières sucrées liquides, et particulièrement de la mélasse, qui se rapproche de celle qui est recommandée par le Dr Stammer, et qui permet, tout en constatant la quantité d'eau et de matière sèche, de saisir des indications précieuses pour éclairer la fabrication.

Cette méthode consiste à dessécher sur une plaque de verre d'un décimètre carré environ, munie d'un rebord, le liquide sucré à analyser, soit par exemple de la mélasse. On pèse 2 grammes de mélasse que l'on étend sur la plaque de verre, en la chauffant suffisamment pour la rendre assez fluide pour qu'elle puisse se répandre uniformément sur toute la surface de la plaque maintenue horizontale-

(1) Armand Le Docte, *Sucrerie indigène*, tome XIX, p. 207, 1882.

ment, sans qu'elle s'en puisse échapper. On la met ensuite à l'étuve, en la plaçant dans la même position ; l'évaporation se produit peu à peu sous une couche très mince et uniforme : après 18 à 24 heures d'étuve chauffée à 110°, la dessiccation est complète, c'est-à-dire que la matière sèche restée sur la plaque ne perd plus de son poids par un plus long séjour à l'étuve.

Une plaque de verre sans rebords suffit pour les sirops et mélasses ; mais lorsqu'on opère sur des liquides moins denses, il est nécessaire que la plaque soit munie de rebords, afin d'empêcher le liquide de s'épancher au dehors.

La matière ainsi desséchée présente des caractères différents qui peuvent servir de guide pour reconnaître l'état de pureté, la tendance à la fermentation, et même l'état d'altération des sirops et mélasses en cours de fabrication. Je vais indiquer avec soin ces différents caractères.

5° *Caractères particuliers que présentent les différents jus, sirops et mélasses en cours de fabrication, dans le dosage de l'eau par dessiccation à l'étuve à* 110 *degrés.*

Certains sirops et mélasses évaporés à l'étuve à 110 degrés, en couches minces, comme il vient d'être dit, donnent une couche de matière solide parfaitement transparente, brillante, uniforme ; ce caractère est l'indice d'une fabrication parfaite et de l'absence de toute altération.

Quelquefois, avec d'autres sirops et mélasses, la couche de matière sèche n'est pas aussi transparente : elle est parsemée de bulles de gaz, sans cependant former de mousse ; ce caractère indique une tendance à l'altération désignée sous le nom de fermentation.

Il arrive quelquefois que la matière est demi-opaque ; la couche de matière sèche qui adhère à la surface du verre est transparente ; mais cette couche est recouverte d'une croûte opaque, parsemée de petits trous, formant comme une espèce d'écume à la surface de la partie des-

séchée ; ce caractère est l'indice d'une altération plus avancée.

Enfin, il arrive que la matière sèche est tout à fait opaque ; la couche d'écume paraît beaucoup plus épaisse et plus boursouflé ; quelquefois toute la couche paraît transformée en écume ressemblant assez à une tranche de pain d'épice ; ces caractères correspondent toujours à une altération du sucre cristallisable ; les sirops et mélasses qui offrent ces caractères moussent fortement dans les bacs de cristallisation, et sont en voie de transformation du sucre cristallisable en glucose ; cette altération est plus ou moins avancée selon que ces caractères sont plus ou moins prononcés. Ainsi, plus la couche de matière sèche est épaisse et mousseuse, plus cette altération est profonde.

Quelques moments après la sortie de l'étuve, la masse desséchée éprouve une espèce de craquelage qui se produit avec bruit ; la matière sèche se fendille en tous sens ; ce caractère, comme ceux qui précèdent, peut également servir à établir l'état de pureté et d'altération des sirops et mélasses ; il est d'autant plus prononcé, et les lignes qu'il produit sont d'autant plus abondantes que les sirops et mélasses n'ont pas subi d'altération.

Ce caractère est moins facile à saisir et moins prononcé que celui de la mousse, mais il indique, lorsqu'il se produit, une absence de tendance à la fermentation ; mais tendance d'autant plus grande que le craquelage sera moins prononcée.

Ainsi, selon que les caractères de la matière sèche indiquant un degré plus ou moins grand d'altération, sont plus tranchés, les sirops et mélasses qui leur ont donné naissance présentent des degrés correspondants d'altération : lorsqu'ils sont prononcés au maximum, ils contiennent déjà du sucre incristallisable ; lorsqu'ils le sont moins, il n'indiquent qu'une tendance à la fermentation qui ne s'est pas encore manifestée dans l'atelier par des signes extérieurs, mais qui se produira inévitablement dans les opérations suivantes.

Si l'on remarque ces premiers signes d'altération dans

un sirop d'égout de premier jet ne contenant pas de sucre incristallisable et ayant jusque-là tous les caractères d'uu bon sirop, on peut être certain que la fermentation se manifestera pendant la cristallisation de deuxième jet et sera beaucoup plus forte dans le troisième jet.

Il est donc possible, par les caractères que présentent les sirops et mélasses pendant la dessication dans les conditions qui viennent d'être indiquées, de reconnaître à l'avance leur tendance à subir la fermentation dans les opérations qui doivent suivre, et par conséquent d'employer les moyens qui peuvent empêcher l'altération de se produire.

La mélasse soumise à l'analyse, comme exemple, donnait par dessiccation à l'étuve à 110° de la mousse opaque à la surface, mais la couche adhérente au verre était transparente.

Ce mode d'examen a été un puissant réactif dans le laboratoire Dubrunfaut pour reconnaître la valeur des mélasses dans l'application de l'osmose, et pour déterminer les précautions à prendre pour empêcher l'altération du sucre cristallisable dans la pratique de cette méthode ; il peut être encore un guide certain dans le travail ordinaire des sucres pour éviter les altérations que le fabricant ne peut constater que lorsqu'elles deviennent sensibles par les caractères extérieurs de la fermentatiou, c'est-à-dire lorsqu'il est trop tard pour y remédier.

Comme on peut en juger, les altérations redoutées par MM. Commerson et Laugier, ne sont pas le fait de la dessiccation; mais lorsqu'elles se manifestent elles préexistent dans les liquides sucrés, et, loin de chercher a en empêcher la manifestation, on doit au contraire placer la dessiccation dans des conditions où ces caractères peuvent se produire.

Des études récentes m'ont fait connaître que lorsque les sirops donnent de la mousse à la dessiccation, cette mousse n'est pas, comme on le croit généralement et comme nous l'avons cru longtemps nous-même, le résultat d'une altération, mais d'un dégagement d'acide carbonique, soit libre dans la dissolution, soit résultant de la

présence et de la décomposition d'un bicarbonate alcalin contenu dans la matière sucrée mise en dessiccation ; il suffit, pour faire disparaître ce caractère particulier, d'ajouter à la matière sucrée, avant sa dessiccation, une petite quantité de soude caustique, de manière à saturer cet acide carbonique et obtenir 4 à 5° de soude caustique libre par 100 grammes de matière sucrée.

Cette matière sucrée, sirop ou mélasse, mise ensuite à l'étuve, en couches très minces, c'est-à-dire dans les mêmes conditions que la dessiccation précédente, non seulement ne donne plus de mousse, mais présente tous les caractères d'un liquide sucré sans altération, sans mousse, avec la diaphanéité et le craquelage.

Je montrerai dans la suite tout le parti que le fabricant peut tirer de ces simples observations.

§ 19.

III.

DOSAGE DES DIFFERENTS SUCRES DANS LES MATIÈRES SUCRÉES SOLUBLES DANS L'EAU ET PARTICULIÈREMENT DANS LA MÉLASSE. — Voir §§ 6 et 7.

Il existe dans les matières sucrées, surtout dans la mélasse, des sucres de différente nature, soit du sucre cristallisable et des sucres réducteurs désignés sous le nom générique de glucose. Ces sucres réducteurs se composent dans certains cas de glucose à l'état de sucre, et de sels dérivés du glucose, c'est-à-dire résultant de la décomposition du glucose sous l'influence des alcalis, et qui jouissent du pouvoir réducteur, comme le glucose lui-même à l'état de sucre.

Il est utile de doser séparément ces différents sucres, et les produits résultant de leur altération. Il y a donc lieu de pratiquer dans l'analyse des matières sucrées, et particulièrement de la mélasse :

Le dosage du sucre cristallisable.

— des sucres réducteurs ;

Le dosage du glucose à l'état de sucre ;
— des dérivés des sucres réducteurs.
Nous allons les appliquer successivement :

Dosage du sucre cristallisable (Voir §§ 6 et 7).

Le procédé généralement employé pour le dosage du sucre cristallisable est le saccharimètre de Soleil, ou les saccharimètres à pénombres de Dubosc et de Laurent, avec la notation directe, c'est-à-dire sans inversion ; cependant quelques chimistes donnent la préférence au procédé Barreswil, qu'ils pratiquent exclusivement pour le dosage du glucose préexistant et pour le dosage du sucre cristallisable (1).

L'application de divers procédés reconnus exacts employés simultanément ne pouvant qu'être profitable à l'étude des matières sucrées et surtout de la mélasse, le sucre cristallisable a été dosé comparativement par le saccharimètre et par le procédé Barreswil, dans la plus grande partie des analyses exécutées au laboratoire Dubrunfaut à partir de 1875, dans les conditions suivantes :

6° *Dosage du sucre cristallisable par le saccharimètre et la notation directe* (Voir § 6).

J'ai donné avec beaucoup de détails, § 6, la marche à suivre, les soins et les précautions à prendre dans les essais saccharimétriques ; je renvoie le lecteur à ce §, en me bornant à ne donner ici que les détails pratiques de l'analyse spéciale donnée pour exemple.

On prend 100 cent.cubes de la dissolution de mélasse dans l'eau désignée ci-dessus sous la lettre B, et contenant par conséquent 10 grammes de mélasse; on la traite par 1/10 de sous-acétate de plomb, puis on filtre à travers un filtre de papier. Si la liqueur n'est pas suffisamment décolorée, on

(1) Fehling, Viollette, Landolt, les chimistes allemands et la plupart des chimistes essayeurs du commerce en France, *Sucrerie indigène*, tome IV, p. 200, 1869.

achève la décoloration avec du noir animal en poudre préparé comme il a eté indiqué § 6, et l'on fait l'essai au saccharimètre.

Pour la mélasse soumise à l'essai, le saccharimètre a accusé par la notation directe une rotation 26° à droite, auquel chiffre il faut ajouter 1/10 pour le volume de l'acétate de plomb. Le titre saccharimétrique de la dissolution était donc de $26° + 2°,6 = 28°,6$.

28°,6 de rotation à droite correspondent d'après le calcul suivant, en sucre cristallisable par litre, ou pour 100 grammes de mélasse, à p. 100 46gr,761.

$$\frac{16,35 \times 28,6}{100} = \text{sucre } 46^{gr},761 \text{ par } 100 \text{ gr. mélasse.}$$

7° *Dosage du sucre cristallisable après inversion, par la méthode cuprique* (Procédé Barreswil) (Voir §§ 7-I)

Le dosage du sucre cristallisable par le procédé Barreswil se fait en transformant le sucre cristallisable en glucose, c'est-à-dire en sucre interverti au moyen d'un acide, et ensuite en déterminant par la liqueur alcalino-cuprique la quantité de glucose ainsi formé.

Si la dissolution de mélasse contenait déjà du glucose, ce qu'un essai préalable par la liqueur cuprique avant l'inversion peut parfaitement déterminer, cette quantité préexistant dans la mélasse devrait être déduite de la quantité trouvée après l'inversion. La quantité restante serait le résultat de l'inversion, et représenterait le sucre cristallisable.

Pour pratiquer cette opération, on prend, à l'aide d'une pipette, 10 cent. cubes de la dissolution de mélasse ci-dessus étiquetée B, préparée comme il a été indiqué § 17-I, représentant par conséquent 1 gramme de mélasse, que l'on met dans une capsule de porcelaine ou de platine; on y ajoute 2 cent. cubes d'acide chlorhydrique pur; on chauffe jusqu'à l'ébullition; on laisse refroidir et l'on ajoute à la dissolution environ 100 cent. cubes d'eau distillée; on neu-

tralise la dissolution acide avec une dissolution de soude caustique ; on complète le volume de 200 cent. cubes avec de l'eau distillée, et l'on se sert de cette dissolution pour déterminer la quantité de glucose qu'elle contient à l'aide de la liqueur cuprique.

Pour opérer cette détermination, on prend une quantité constante de la liqueur cuprique, préparée comme on l'indiquera plus loin et contenant par 100 cent. cubes une quantité de sel de cuivre suffisante pour détruire 0gr,50 de sucre cristallisable (prismatique) transformé en glucose, et l'on y ajoute une quantité de dissolution de mélasse intervertie qui varie avec la quantité de glucose qui s'y trouvera.

Pour mesurer la dissolution de mélasse nécessaire à la transformation de la liqueur cuprique, on se sert d'une burette à robinet d'environ 50 cent. cubes, dont chaque centimètre cube est divisé en 10°; la burette représente donc 500°. (Burette Mohrr.)

On procède à l'expérience de la manière suivante :

On remplit la burette à robinet de la dissolution de mélasse, jusqu'à la ligne horizontale tracée sur la burette et correspondant au zéro.

D'un autre côté, on prend, à l'aide d'une pipette, 10 cent. cubes de la liqueur cuprique, que l'on met dans un ballon en verre d'environ 200 cent. cubes. On ajoute à la liqueur cuprique dans le ballon environ 30 cent. cubes d'eau distillée, et l'on chauffe de manière à porter à l'ébullition le liquide qu'il contient.

On place le ballon sous le robinet de la burette placée verticalement, on ouvre légèrement le robinet et l'on fait tomber goutte à goutte de la dissolution de mélasse, en ayant soin d'agiter le ballon de manière à bien mélanger les liquides.

Lorsqu'on a fait ainsi couler une certaine quantité de dissolution de la mélasse, on ferme le robinet de la burette, on remet le ballon sur le feu de manière à porter de nouveau le liquide à l'ébullition, en remuant vivement, et l'on examine l'effet produit par l'addition de la disso-

lution de mélasse sur la couleur bleue primitive de la liqueur cuprique.

Cette couleur diminue peu à peu d'intensité à mesure que l'on ajoute de la dissolution de mélasse, et il se forme en même temps un précipité d'un rouge vif.

La disparition complète de la couleur bleue est le caractère fondamental de la méthode; il correspond à la réduction et à la précipitation à l'état de protoxyde de cuivre de tout le cuivre qui était en dissolution dans la liqueur cuprique, et par suite à la disparition complète du sucre interverti qui a opéré cette transformation.

Il est donc nécessaire d'arrêter l'opération au moment précis où il a été employé une dissolution de mélasse suffisante pour produire cette précipitation du cuivre, et par suite la disparition de la couleur bleue.

Cette réduction du sel de cuivre et cette disparition de la couleur bleue ne se produisent bien que par l'ébullition du liquide ; aussi il est nécessaire de ne pas faire couler une trop grande quantité de la dissolution de mélasse, sans rechauffer le liquide contenu dans le ballon, de le porter de nouveau à l'ébullition ; ce n'est qu'après cette ébullition que l'on peut bien juger de l'effet produit par l'addition de la dissolution de mélasse sur la couleur du liquide contenu dans le ballon.

Le précipité rouge vif qui se trouve en suspension dans le liquide du ballon donne au liquide encore coloré en bleu une teinte verdâtre par l'effet du mélange de la couleur rouge du précipité avec la couleur bleue du liquide.

Cette teinte verdâtre varie et donne des reflets rouges ou bleus, suivant la position du ballon par rapport à l'œil de l'observateur et à la disposition de la lumière, et il est souvent difficile, quand on n'a pas une grande habitude de ces essais, de bien saisir le moment où toute la teinte bleue due à la liqueur cuprique disparaît.

Le moyen le plus facile est de placer le ballon au-dessus d'une feuille de papier blanc et d'examiner le liquide surnageant le dépôt de haut en bas, en inclinant le ballon de manière à pouvoir examiner la couleur du liquide sans dépôt.

Lorsque l'on arrive au terme de la précipitation, le liquide du ballon doit être complètement décoloré ; alors on examine la quantité de dissolution de mélasse employée, en constatant le nombre de degrés manquant dans la burette à robinet ; il est alors facile d'en conclure la quantité de sucre cristallisable qui s'y trouve à l'état de glucose.

En effet, les 10 cent. cubes de la liqueur cuprique employés dans l'expérience correspondent à 0,05 de sucre prismatique transformé en glucose ; il y a donc $0^{gr},05$ de sucre prismatique à l'état de glucose dans le volume de la dissolution de mélasse employée dans l'expérience.

Le volume de la dissolution de mélasse employée dans l'expérience a été de 200° de la burette, soit 20 cent. cubes ; on doit en conclure que ces 20 cent. cubes contiennent en sucre prismatique transformé en glucose $0^{gr},05$, ce qui correspond, pour les 200 cent. cubes de la dissolution contenant 1 gramme de mélasse, à $0^{gr},50$ de sucre prismatique, comme l'établit le calcul suivant :

$$\frac{0,050 \times 200}{20} = 0,50 \text{ de sucre prismatique,}$$

soit en sucre prismatique ou cristallisable, pour 100 de mélasse dosée par l'inversion et la méthode cuprique, 50 p. 100.

Si la mélasse soumise à l'analyse ne contient ni glucose ni dérivés de glucose, les nombres accusés par la liqueur cuprique représentent le sucre cristallisable contenu dans la dissolution avant l'inversion.

Si un essai préalable à l'inversion a fait connaître que la mélasse contenait du glucose ou des dérivés du glucose, on les déduirait de la quantité constatée après inversion, et le nombre restant représenterait le sucre cristallisable (saccharose).

Il est donc indispensable, pour connaître la quantité de sucre cristallisable dosé par la méthode Barreswil, de déduire la quantité de sucres réducteurs que contient cette mélasse.

Il va être procédé à ce dosage.

8° *Dosage des sucres réducteurs. Glucose existant dans la mélasse soumise à l'analyse par la méthode cuprique.* (Voir §§ 7-III.)

On procède au dosage du glucose contenu naturellement dans la mélasse, par la méthode cuprique ordinaire, en opérant comme il vient d'être indiqué dans le n° 7; seulement la réaction de la dissolution sur le sel de cuivre présente des caractères différents qui rendent plus difficile à saisir le moment exact où la couleur bleue disparaît complètement, c'est-à-dire le moment où le liquide ne contient plus de sel de cuivre à réduire.

La cause en est surtout à la coloration de la dissolution de mélasse, à la petite quantité de glucose qui s'y trouve relativement à l'essai précédent, ce qui oblige à l'emploi d'une dissolution plus concentrée pour réduire la même quantité de liqueur cuprique.

Voici comment l'expérience doit être exécutée :

On doit d'abord procéder à un premier essai pour reconnaître approximativement la quantité de glucose contenue dans la mélasse en opérant sur la dissolution au 1/10e. Si la mélasse contient moins de 1 p. 100 de glucose, on pratique l'essai avec la dissolution au 1/10e. Si la mélasse contient de 1 à 2 p. 100 de glucose, on l'étend de 1 partie d'eau, et dans la même proportion à mesure que la quantité de glucose se trouve plus grande.

Dans l'analyse présente l'essai préalable a indiqué moins de 1 p. 100 de glucose; en conséquence, la dissolution de mélasse au 1/10e a été employée directement sans mélange d'eau; elle contient donc pour 100 cent. cubes 10 grammes de mélasse.

On a procédé à l'essai exactement comme dans le dosage précédent, c'est-à-dire on a pris 10 cent. cubes de la liqueur cuprique que l'on a étendus de 10 cent. cubes d'eau distillée; l'on a fait bouillir en faisant couler dans le ballon de la dissolution de mélasse, en ouvrant plus ou moins le robinet de la burette, selon les caractères présentés par le liquide en essai; le mélange des deux

liquides, bleu d'abord, devient verdâtre, puis d'un brun plus ou moins foncé ; le caractère le plus facile à saisir, pour reconnaître que l'opération tire à sa fin est le virement de la couleur brune en brun moins foncé, puis en jaune, qui est le caractère indiquant que l'opération est terminée et même dépassée ; ce que l'on reconnaît à la nuance de moins en moins foncée et à l'odeur de caramel indiquée par M. Viollette.

Il arrive quelquefois que le précipité qui se forme est d'abord jaunâtre, puis passe au rouge brique sale ; quelquefois il devient abondant par le refroidissement de la dissolution. Ces caractères indiquent toujours la présence de dérivés de glucose combinés à la chaux, et dans ce cas il est nécessaire, comme il a été dit § 7-V, d'éliminer la chaux par l'oxalate de potasse pour obtenir un dosage exact.

Quoique ces caractères soient moins tranchés et moins faciles à saisir, il n'en faut pas moins suivre l'essai avec beaucoup de soin, et après quelque temps de pratique on arrive à un dosage exact.

Il faut éviter dans tous les cas de décolorer la dissolution, soit avec le sous-acétate de plomb, soit avec le noir animal, comme la plupart des chimistes ont l'habitude de faire : ces agents décolorants éliminent les dérivés de glucose, comme on l'a déjà vu page 139, que l'on a le plus grand intérêt à doser, comme je le démontrerai dans la suite.

Il est un moyen facile de rendre plus sensible le point terminal : c'est d'ajouter à la liqueur cuprique, au moment de l'essai, quelques centimètres cubes d'une dissolution de gélatine pure et diaphane dans l'eau, à 1 p. 100,

La présence d'une petite quantité de gélatine en dissolution dans la liqueur cuprique a la propriété d'augmenter dans une grande proportion la teinte bleue de la liqueur Fehling-Viollette et autres liqueurs cupriques semblables, sans produire de changement dans son titre réducteur.

Cette teinte bleue est tellement prononcée, alors même

qu'il n'existe que des traces de cuivre en dissolution, qu'il devient bien plus facile de saisir le moment où elle disparaît, c'est-à-dire le moment où tout le cuivre est précipité de sa dissolution (1881).

Dans l'essai ci-dessus la quantité de dissolution de mélasse employée a été de 575°, soit 57^{cc},5. Ce volume de la dissolution au dixième contient donc l'équivalent de 0,05 de sucre cristallisable en sucres réducteurs, soit pour 100 cent. cubes, ou pour 10 grammes de mélasse, 0^{gr},087, d'après le calcul suivant :

$$\frac{0{,}050 \times 100}{57{,}5} = \text{glucose dans 100 cent. cubes, } 0^{gr}{,}087,$$

soit pour 1 litre de dissolution, ou 100 grammes de mélasse, 0^{gr},87.

L'essai par la méthode Barreswil avait donné en sucre cristallisable transformé en glucose, pour 100 de mélasse	50,00
dans lesquels 50 se trouvent compris de glucose préexistant qu'il faut déduire.	0,87
Il reste donc pour le sucre cristallisable contenu dans 100 grammes de mélasse dosé par la méthode Barreswil.	49,130
Le dosage du sucre cristallisable par le saccharimètre avait accusé.	46,761
Il y a donc dans le dosage, entre les deux méthodes, une différence en plus, accusée par la méthode Barreswil, de.	2,369

Cette méthode donne donc une quantité de sucre cristallisable plus grande que celle indiquée par le saccharimètre. Cette quantité pour l'essai ci-dessus est de 2,369 p. 100 de mélasse; mais il se trouve, comme on le verra dans la suite, des mélasses qui offrent des différences beaucoup plus grandes entre les deux dosages. Pour le moment, le point important qui doit ressortir, c'est la nécessité d'avoir recours, dans l'analyse des matières sucrées, à ces deux méthodes de dosage du sucre cristallisable, et

de constater avec soin les différences qu'elles peuvent donner.

Les sucres réducteurs préexistant dans la mélasse soumise à l'analyse, et dont la quantité a été trouvée p. 100 de mélasse de $0^{gr},87$, peuvent être ou du glucose à l'état de sucre, ou des dérivés de glucose,— ou un mélange de glucose et des dérivés de glucose. Je vais indiquer et décrire les moyens d'analyse qui permettent de les reconnaître et même de les doser.

9° *Dosage du glucose à l'état de sucre par la méthode alcaline. — Sucrate de chaux* (Voir § 7-IV).

Dubrunfaut a démontré que le glucose tel qu'il vient d'être dosé par la liqueur cuprique peut le renfermer sous deux états : 1° à l'état de sucre fermentiscible ; 2° à l'état de dérivés de glucose qui agissent comme le glucose sur la liqueur cuprique.

Ces dérivés sont surtout l'acide apoglucique de M. Péligot : il se forme par l'action des alcalis faibles, comme la chaux sur le glucose.

Dubrunfaut a fait connaître une méthode d'analyse qui permet de doser séparément le glucose qui se trouve dans la mélasse à l'état de sucre, ainsi que les dérivés de glucose.

Cette méthode, qui a été décrite § 7-IV, consiste d'abord à doser le glucose qui se trouve à l'état de sucre.

A cet effet, on prend 50 cent. cubes ou 100 cent. cubes de la dissolution normale de mélasse étiquetée B, c'est-à-dire saturée ou rendue neutre ; on y ajoute une quantité déterminée d'une dissolution de sucrate de chaux dont le titre acidimétrique correspond à la liqueur alcalimétrique de Gay-Lussac, puis on porte le mélange des deux liquides à l'ébullition dans une capsule de porcelaine ou de platine ; aussitôt le liquide en ébullition, on l'enlève du feu, et l'on détermine à l'aide de la liqueur titrée alcalimétrique ordinaire la quantité de degrés alcalimétriques de chaux qui

(1) *La Sucrerie indigène*, tome IV, p. 201, 1869.

restent non saturés dans la dissolution après l'ébullition; cette quantité, retranchée du nombre de degrés alcalimétriques de chaux ajoutés avant l'ébullition, donne le nombre de degrés alcalimétriques disparus; c'est-à-dire, la quantité de chaux en degrés alcalimetriques qui a été saturée par l'acide formé par la décomposition du glucose sous l'influence de la chaux.

Ce dosage n'a pas toute l'exactitude que l'on doit désisirer pour une analyse chimique précise, parce qu'il donne pour une même quantité de glucose des quantités de chaux saturée variable suivant les conditions de l'expérience; ainsi une ébullition plus ou moins prolongée augmente la quantité de chaux disparue ou saturée.

La quantité de chaux saturée par rapport au même poids de glucose change également suivant le degré d'alcalinité de la dissolution pendant et après l'ébullition. Ainsi, plus la quantité de chaux employée est grande par rapport au même poids de glucose, plus est également grande la quantité d'alcali saturé.

Malgré ces diverses variations on peut comprendre qu'en plaçant l'expérience à peu près dans les mêmes conditions, on peut arriver très approximativement à un bon dosage.

Dufrunbaut a reconnu que 830° alcalimétriques de chaux disparus ou saturés représentent 105 grammes de glucose ou 100 grammes de sucre prismatique; mais il est nécessaire, pour rendre ce résultat constant, qu'il reste en dissolution après l'ébullition, c'est-à-dire après la disparition du glucose, une quantité de chaux libre au moins égale à la quantité disparue.

830° alcalimétriques représentent le pouvoir saturant de l'acide formé par la réaction de la chaux sur 100 gr. de sucre prismatique transformé en glucose, soit en acide sulfurique monohydraté $41^{gr},50$, comme l'établit le calcul suivant;

$$\frac{5 \times 830}{100} = 41^{gr},50$$ d'acide sulfurique monohydraté.

Le pouvoir saturant de l'acide formé pour 100 gr. de sucre est donc l'équivalent de 41^{gr},50 d'acide sulfurique monohydraté.

Ce mode d'analyse appliqué à la mélasse en expérience a donné les résultats suivants :

200 cent. cubes de la dissolution au 1/10 marquée B, c'est-à-dire neutralisée, ont été mis dans une capsule dans laquelle on a ajouté le double de la quantité de dissolution de sucrate de chaux nécessaire pour détruire la quantité de glucose trouvée dans le dosage par la liqueur cuprique, soit pour 20 gr. de mélasse contenus dans les 200 cent. cubes environ 0^{gr},2 de glucose, ou 3 cent. cubes, ou 6° alcalimétriques de la dissolution de sucrate de chaux, et l'on a porté à l'ébullition.

On a ensuite constaté par la liqueur alcalimétrique le titre alcali restant : ce titre a été trouvé de 5°. Il avait donc disparu 1° du titre, représentant en sucre cristallisable transformé en glucose 0^{gr},12 pour 20 gr. de mélasse, soit pour 100 gr. de mélasse en glucose $0,12 \times 5 = 0,60$.

La quantité de glucose à l'état de sucre était donc p. 100 de mélasse de 0^{gr},60.

Lorsqu'il existe une aussi petite quantité de glucose à l'état de sucre dans la mélasse, l'expérience peut être faite sur un volume plus grand de la dissolution au 1/10.

Le titrage de la chaux restant doit se faire, non pas avec la liqueur alcalimétrique ordinaire, contenant 5 gr. d'acide sulfurique monohydraté par 50 cent. cubes ou 100 cent. cubes de la burette alcalimétrique de Gay-Lussac, mais avec une liqueur alcalimétrique composée de 1 partie de cette liqueur et 9 parties d'eau ; c'est-à-dire avec une liqueur alcalimétrique ne contenant que 0^{gr},50 d'acide sulfurique monohydraté par 50 cent. cubes ou par 100 cent. cubes alcalimétriques de la burette de Gay-Lussac, c'est-à-dire 10 fois moins forte que la liqueur alcalimétrique ordinaire.

100° de cette liqueur décime représentent donc 10° de la liqueur alcalimétrique ordinaire.

En faisant le titrage de la chaux restant après l'ébulli-

tion sur le liquide encore chaud, on peut arriver avec cette liqueur alcalimétrique décime à un dosage d'une grande précision.

Dans tous ces dosages de glucose, les nombres trouvés doivent toujours être traduits en sucre cristallisable, par cette raison que le glucose est le produit de l'altération du sucre cristallisable lui-même, et qu'il est important que les nombres fournis par les analyses représentent les quantités de sucre cristallisable ainsi détruit pour le fabricant et le raffineur.

10° *Dosage des dérivés de glucose.* (Voir § 7-V).

Le dosage du glucose dans la mélasse par la méthode cuprique ayant établi qu'elle contenait en sucres réducteurs représentés par leur équivalent de sucre cristallisable pour 100 gr. de mélasse, opération n° 8.. $0^{gr},870$

Le dosage du glucose à l'état de sucre, opération n° 9, a accusé dans 100 gr. de mélasse en glucose à l'état fermentescible .... $0^{gr},600$

soit une différence de...................... $0^{gr},270$

qui représente les dérivés du glucose qui ont agi sur la liqueur cuprique lors de l'opération n° 8.

Les dérivés du glucose se trouvent donc ainsi dosés par différence, et se trouvent être dans cette mélasse, p. 100, de $0^{gr},270$.

On peut encore arriver au dosage du glucose à l'état de sucre, et des dérivés du glucose, par une autre méthode qui est la suivante :

Le sous-acétate de plomb et le noir animal ayant la propriété d'éliminer les dérivés de glucose et de laisser intact le glucose à l'état de sucre, on peut, en traitant la dissolution de mélasse, comme on le fait généralement dans les laboratoires de l'industrie du sucre, par le sous-acétate de plomb, puis par le sulfate de soude pour éliminer l'excès de plomb, puis ensuite par le noir animal pour achever la décoloration de la dissolution, puis en opérant

le dosage sur cette dissolution par la méthode cuprique, obtenir un titre qui représente la quantité de glucose à l'état de sucre.

Ce titre, soustrait du titre cuprique constaté sur la même dissolution avant sa décoloration, donne également, par différence, la quantité de dérivés existant dans la dissolution, qui ont été précipités par les réactifs employés à la décoloration.

Le dosage des dérivés du glucose a une importance considérable dans le travail des sucres, surtout en raffinerie, où les vices des méthodes d'analyse employées ne permettent pas de le doser, comme nous le démontrerons dans la suite.

Composition et préparation des liqueurs titrées et autres réactifs employés pour le dosage des différents sucres dans l'analyse des matières sucrées.

A. — Liqueur cuprique normale.
B. — Liqueurs alcalimétriques et acidimétriques.
C. — Dissolution titrée de sucrate de chaux.
D. — Dissolution de sous-acétate de plomb.
E. — La teinture et le papier de tournesol bleu et rouge.

A. — *Composition et préparation de la liqueur cuprique normale.*

J'ai donné, § 7-II, la composition des liqueurs cupriques les plus généralement employées dans le dosage du glucose, avec toutes les observations qui ont été successivement présentées sur leur emploi. Je me bornerai à donner ici la composition et la préparation de la liqueur cuprique du laboratoire Dubrunfaut, en renvoyant le lecteur, pour plus de détails, au § 7-II.

On compose la liqueur cuprique normale de la manière suivante :

Tartrate neutre de potasse pur. .	200	grammes.
Soude caustique à la chaux. . . .	250	—

Sulfate de cuivre pur. . . . . 36^{gr},64
Eau distillée, quantité suffisante pour 1 litre de dissolution.

On dissout séparément ces divers produits à chaud dans une certaine quantité d'eau (fraction de litre) et on les mélange ; lorsque le mélange est refroidi, on complète le volume de 1 litre avec de l'eau distillée ; en cet état, cette liqueur doit marquer à l'aréomètre Baumé — 34°, et doit titrer pour tout le volume de la dissolution en liqueur alcalimétrique normale, 5160 degrés.

10 cent. cubes de cette dissolution cuprique doivent correspondre à 0,05 de sucre prismatique transformé en glucose.

On détermine le titre réel de la liqueur cuprique telle qu'elle vient d'être préparée, de la manière suivante :

On dissout 10 grammes de sucre raffiné très sec, blanc et très pur, dans environ 50 cent. cubes d'eau ; on y ajoute 2 cent. cubes d'acide chlorhydrique pur ; on chauffe au bain-marie pendant environ 3/4 d'heure, jusqu'à légère coloration ; puis on complète le volume à 1 litre avec de l'eau distillée, et l'on se sert de cette dissolution pour remplir la burette graduée et faire l'essai ordinaire du glucose avec la liqueur cuprique.

10 cent. cubes de liqueur cuprique doivent être complètement décolorés par 50° de la burette, ou 5 cent. cubes de la dissolution sucrée.

Le rapport s'établit en plus ou en moins, suivant qu'il a été absorbé un peu plus ou un peu moins de 50 degrés de la dissolution de sucre interverti.

Il est utile de répéter la même opération à plusieurs reprises pour arriver à déterminer d'une manière précise la valeur réelle de la liqueur cuprique.

Il est aussi nécessaire de faire de temps en temps la vérification du titre réducteur de la liqueur cuprique, afin de s'assurer si sa composition n'a pas subi d'altération.

La dissolution de sucre interverti préparée pour en déterminer le titre peut se conserver pendant un certain

temps dans un flacon bouché à l'émeri, et elle peut être employée comme liqueur d'épreuve, tout le temps qu'elle ne prend pas de couleur et qu'elle conserve sa limpidité; un millième du poids du sucre d'acide salicylique ajouté à cette dissolution la conserve indéfiniment.

L'acide salicylique ne présente aucun inconvénient dans le titrage de cette dissolution.

B. — *Préparation de la liqueur alcalimétrique normale.*

On prend 100 grammes d'acide sulfurique pur, marquant 66 degrés Baumé, à la température de 20 degrés centigrades, c'est-à-dire d'acide sulfurique monohydraté; on le verse dans de l'eau distillée contenue dans une carafe graduée à 1 litre, en ayant soin de ne remplir le litre qu'à moitié; on agite vivement pour bien mélanger le tout, on passe de l'eau distillée à plusieurs reprises dans le vase qui a servi à peser l'acide sulfurique, afin d'enlever tout l'acide; on ajoute ces lavages au liquide contenu dans la carafe, en ayant soin de bien mélanger. Le mélange de l'acide sulfurique et de l'eau développe une élévation de température; on remplit la carafe d'eau distillée jusqu'à la ligne horizontale indiquant la contenance de 1 litre. On mélange bien, avec la précaution de ne pas pas perdre une seule goutte de liquide, puis on plonge la carafe dans un seau d'eau froide pour faire refroidir jusqu'à 15 degrés centigrades. A ce moment, on complète de nouveau le volume de 1 litre qui avait diminué par le refroidissement, avec de l'eau distillée. On mélange bien, pour rendre la liqueur acide parfaitement homogène.

En cet état, cette dissolution constitue la liqueur alcalimétrique normale de Gay-Lussac, contenant par 100 cent. cubes, 10 grammes d'acide sulfurique monohydraté, et par 100 degrés de la burette de Gay-Lussac, 5 grammes d'acide sulfurique monohydraté.

Ce mode de préparation de la liqueur alcalimétrique présente une suffisante exactitude lorsque l'acide sulfurique employé est bien de l'acide sulfurique pur mono-

hydaaté. Mais il arrive quelquefois que cet acide s'est plus ou moins affaibli depuis le moment de sa préparation, par l'humidité de l'air qu'il a pu absorber dans des flacons en vidange, souvent ouverts et refermés suivant les besoins.

On peut facilement rétablir le degré primitif de l'acide sulfurique ainsi altéré, en le faisant bouillir dans une capsule de platine.

Enfin il existe un moyen de contrôle du degré de l'état de l'acide sulfurique : c'est le rapport du poids au volume. 100 grammes d'acide sulfurique monohydraté doivent avoir en volume 54cc,28.

On trouve dans la verrerie à l'usage de la chimie des petits flacons qui ont pour mesure exacte 100 grammes d'acide sulfurique monohydraté.

Si 100 grammes de l'acide sulfurique employé ne pouvaient contenir dans le flacon, c'est que cet acide ne serait pas assez concentré.

On peut encore trouver un contrôle de la valeur de la liqueur alcalimétrique normale, préparée comme il est dit ci-dessus, en comparant son titre acide avec celui d'une dissolution d'acide oxalique, qu'il est facile d'obtenir chimiquement pur.

A cet effet, on pèse 63 grammes d'acide oxalique *pur*, que l'on dissout dans l'eau distillée, de manière à obtenir 1 litre de dissolution.

20cc,4 de cette dissolution d'acide oxalique correspondent exactement à 10 cent. cubes de la liqueur alcalimétrique normale, ou encore 20° de liqueur alcalimétrique normale doivent correspondre à 40°8/10 de la dissolution d'acide oxalique, c'est-à-dire doivent saturer le même volume de dissolution alcaline, si la liqueur normale d'acide sulfurique est exacte.

Préparation de la liqueur sulfurique titrée au 1/10e.

Pour obtenir plus de précision dans les essais alcalimétriques, surtout lorsqu'on opère sur des liquides peu alcalins, on étend la liqueur alcalimétrique normale de

9 parties d'eau distillée ; on obtient ainsi une liqueur alcalimétrique au 1/10e, dont 100° de la burette de Gay-Lussac correspondent à 10° de la liqueur alcalimétrique ordinaire, c'est-à-dire qu'elle est 10 fois moins forte.

Préparation de la liqueur acidimétrique titrée normale.

On prend de la soude caustique à la chaux, que l'on dissout dans l'eau, ou de la soude liquide (lessive des savonniers, à 40 degrés Baumé, soit 100 cent. cubes de cette dernière dissolution), que l'on étend d'eau distillée, de manière à obtenir un demi-litre de dissolution ; on mélange bien, puis on en remplit une burette alcalimétrique de Gay-Lussac jusqu'au 0 degré.

D'un autre côté, on verse dans un verre à expérience 20° alcalimétriques de la liqueur sulfurique normale, ou $20^{cc},4$ de la dissolution type d'acide oxalique, préparée comme il vient d'être dit ; on y verse quelques gouttes de teinture de tournesol. La liqueur acide prend immédiatement une teinte rouge vif ; on y verse goutte à goutte de la dissolution de soude caustique contenue dans la burette de Gay-Lussac, en ayant soin d'agiter constamment avec une baguette de verre, jusqu'à ce que la couleur de la dissolution passe du rouge au bleu, ce qui indique que les 20° alcalimétriques d'acide se trouvent complètement saturés.

On examine le nombre exact de degrés de la burette alcalimétrique employés pour saturer complètement les 20° alcalimétriques de liqueur acide, et avec ce nombre on calculera la quantité d'eau qu'il est nécessaire d'ajouter à la dissolution alcaline pour obtenir une liqueur acidimétrique correspondant exactement à la liqueur alcalimétrique.

Ainsi, si les 20° alcalimétriques ont exigé, pour leur saturation, 16° alcalimétriques de la liqueur acidimétrique, on déterminera le volume d'eau à ajouter par le calcul suivant :

Après l'essai qui vient d'être fait, il ne doit plus rester que 490 cent. cubes de la dissolution de soude caustique, et c'est sur cette quantité seulement que doit porter le calcul. Il est bien entendu que l'on remet dans le demi-litre la dissolution de soude qui reste dans la burette de Gay-Lussac, après l'essai qui vient d'être fait, soit :

$$\frac{20^{\circ} \times 490 \text{ cent. cubes}}{12} = 816^{cc},6 \text{ de dissolution alcaline,}$$

c'est-à-dire que pour que les deux liqueurs alcalimétrique et acidimétrique se fassent équilibre, les 490 cent. cubes de liqueur alcaline doivent être étendues d'eau distillée jusqu'au volume de $816^{cc},6/10^{e}$; alors 100° de la liqueur alcalimétrique sulfurique correspondent exactement à 100° de la liqueur acidimétrique de soude caustique.

Ces deux liqueurs titrées servent dans tous les cas où l'on veut déterminer la quantité d'alcali libre ou d'acide libre qui se trouve dans les liquides soumis à l'analyse.

On peut aussi préparer une liqueur acidimétrique au dixième correspondant à la liqueur alcalimétrique décime, en étendant de 9 parties d'eau distillée une partie de la liqueur acidimétrique normale.

C. *Préparation de la dissolution titrée de sucrate de chaux employée pour le dosage du glucose existant à l'état de sucre.*

Il est nécessaire, dans la préparation de la dissolution titrée de sucrate de chaux employée pour le dosage du glucose existant à l'état de sucre dans la mélasse, de mettre la chaux en contact avec la dissolution du sucre à une densité un peu élevée, afin de dissoudre une plus grande quantité de chaux; en effet, plus la densité de la dissolution sucrée qui agit sur la chaux sera élevée, plus la quantité de chaux dissoute sera grande.

Cependant il faut éviter, dans le mélange de la chaux avec la dissolution, de former des grumeaux, que l'on aurait ensuite beaucoup de peine à dissoudre.

Pour éviter cet inconvénient, il suffit de ne mettre la chaux en présence de la dissolution qu'à l'état de bouillie, c'est-à-dire à l'état d'hydrate de chaux délayé dans un peu d'eau.

A cet effet, on prend 200 grammes de sucre que l'on fait dissoudre dans environ 200 grammes d'eau froide distillée.

D'un autre côté, on prend 120 grammes de chaux hydratée en poudre, que l'on délaye dans 200 grammes d'eau; on mélange peu à peu la bouillie de chaux à la dissolution de sucre, en agitant vivement, et l'on abandonne le mélange à lui-même pendant une heure ou deux, en agitant de temps en temps; puis on ajoute de l'eau distillée en suffisante quantité pour compléter le volume de 1 litre.

On filtre la dissolution qui passe alors parfaitement claire.

Lorsque la filtration est complète, il reste sur le filtre de la chaux non dissoute.

La dissolution faite dans ces conditions doit titrer environ par litre, en degrés alcalimétriques, 1330, et par conséquent, par 10 cent. cubes, 13°,3, susceptibles de détruire en sucre à l'état de glucose, 1gr,602, soit :

$$\frac{1 \times 13,3}{8,3} = 1,602 \text{ de glucose.}$$

D. ***Préparation du liquide désigné sous le nom de sous-acétate de plomb, ou acétate de plomb tribasique, employé dans la clarification des liquides sucrés, pour le dosage du sucre par rotation.***

Pour préparer le sous-acétate de plomb employé dans la décoloration des liquides sucrés pour le dosage du sucre par rotation, on met dans une capsule en porcelaine :

Acétate neutre de plomb	200 grammes.
Litharge.	140 —
Eau distillée	600 cent. cubes.

On fait bouillir en agitant continuellement, afin de hâter la dissolution de la litharge ; on laisse refroidir et l'on filtre. On obtient ainsi une dissolution qui, froide, marque approximativement 32° Baumé.

Cette dissolution doit être conservée dans un flacon bien bouché; autrement elle se trouble par l'action de l'acide carbonique de l'air en changeant de composition ; ce qu'il faut éviter.

E. *Préparation de la teinture et du papier bleu et rouge de tournesol.*

Il suffit, pour préparer la teinture bleue de tournesol, de laisser séjourner dans l'eau froide des pains de tournesol, tels que les livre le commerce ; la matière colorante bleue s'y dissout facilement, et l'on peut ainsi obtenir une dissolution bleue plus ou moins intense.

Cette dissolution est légèrement alcaline, et pour ce motif elle n'est pas aussi sensible que l'exigent certains cas de dosages précis, basés sur le changement de couleur qu'éprouve la couleur bleue de tournesol sous l'influence des acides.

Pour lui donner un plus grand degré de sensibilité, il suffit de diviser la dissolution bleue claire et limpide en deux parties égales ; dans l'une on fait tomber goutte à goutte de l'acide acétique très étendu d'eau, en ayant soin d'agiter avec une baguette jusqu'à ce que la dissolution du bleu passe au rouge. Alors on mélange la dissolution bleue avec la dissolution rouge, et l'on agite bien pour mélanger le tout.

Le mélange des deux liquides doit conserver la couleur bleue, mais il suffit d'une très petite quantité d'acide quelconque pour la faire passer au rouge.

On peut donc avoir, avec la même dissolution de tournesol, de la liqueur bleue ou de la liqueur rouge.

Le papier bleu ou rouge de tournesol se prépare en trempant des bandelettes de papier blanc collé dans de

la teinture de tournesol bleue ou rouge à la température ordinaire, et en le laissant sécher à l'air.

Si la couleur n'était pas suffisamment foncée, on pourrait, après l'avoir séché à l'air, le plonger de nouveau dans la dissolution et le faire sécher de nouveau.

On peut ainsi obtenir du papier de tournesol bleu et rouge avec des nuances plus ou moins foncées.

Il est préférable d'employer le papier collé au papier non collé, qui donne un papier de tournesol bien moins sensible au changement de couleur.

§ 20.

IV.

DOSAGE DES SELS A L'ÉTAT DE CENDRES SULFURIQUES, DOSAGE DES MATIÈRES ORGANIQUES.

Le dosage des sels et des matières organiques comprend les opérations suivantes :

N° 11. L'incinération sulfurique par la méthode Scheibler;

N° 12. La détermination des matières organiques par différences.

Ces deux méthodes vont être successivement décrites.

11° *Description pratique de la méthode de dosage des sels dans les matières sucrées, par l'incinération sulfurique, méthode Scheibler.* (Voir § 11-III.)

La méthode de dosage des sels contenus dans les matières sucrées, par l'incinération sulfurique du docteur Scheibler, consiste à ajouter à la matière à analyser, avant l'incinération, une certaine quantité d'acide sulfurique, qui a pour résultat de hâter la combustion du charbon, qui brûle si difficilement dans l'incinération simple, et de transformer les sels minéraux et organiques à base de potasse, de soude, de chaux et de magnésie, en sulfates

de ces bases, qui restent dans le produit fixe de l'incinération.

Pour rendre cette opération facile, régulière et correcte, il faut opérer de la manière suivante :

On prend un volume déterminé de la dissolution de la matière à analyser, soit de sucre, sirop ou mélasse, représentant un poids déterminé de la matière sucrée soumise à l'analyse, pouvant donner environ de 2 à 3 décigrammes de cendres sulfatées, soit, par exemple, 20 cent. cubes d'une dissolution de mélasse, contenant 2 grammes; on met ce liquide dans la capsule en platine dans laquelle doit se faire l'incinération sulfurique; on la place d'abord sur un feu doux, afin d'évaporer la dissolution, en évitant avec soin l'ébullition du liquide, dont une partie pourrait être projetée au dehors. Cette opération s'exécute bien au bain de sable chauffé.

Lorsque le liquide a pris par l'évaporation une consistance sirupeuse, on y ajoute à l'aide d'une pipette 3 à 4 cent. cubes d'acide sulfurique pur, en ayant soin d'en imprégner les parois de la capsule qui ont été touchées par la dissolution de mélasse, puis on la porte à l'aide d'une pince dans un fourneau à moufle chauffé au rouge sombre.

Il faut avoir soin de surveiller l'action de la chaleur sur le mélange sulfurique : il se produit d'abord un boursouflement de la matière, qui pourrait se répandre au dehors; il faut alors ramener la capsule avec la pince vers l'entrée du moufle et continuer à surveiller l'opération jusqu'à ce que le boursouflement ait cessé. A ce moment, on ramène la capsule vers le milieu du moufle, on y met le couvercle, et l'on continue de maintenir la température au rouge sombre; l'opération dure environ une heure et demie à deux heures.

On reconnaît qu'elle est terminée lorsque le résidu contenu dans la capsule ne présente plus de traces de charbon, que la couleur est uniforme dans toutes ses parties, et qu'on n'y distingue plus aucun point brillant qui serait dû à des petites quantités de charbon.

Si dans certaines parties le résidu n'avait pas ces caractères, il serait utile de laisser refroidir et d'y ajouter à l'aide d'une pipette quelques gouttes d'acide sulfurique, en faisant tomber ces gouttes sur les parties qui présenteraient les caractères d'une combustion incomplète.

Après cette nouvelle addition d'acide sulfurique, on remet la capsule dans le moufle et on la maintient de nouveau au rouge sombre pendant un quart d'heure, et même plus au besoin.

Cette seconde addition d'acide sulfurique est souvent nécessaire pour décomposer les sulfures qui ont pu se former par l'action réductive du charbon sur les sulfates, et pour les transformer de nouveau en sulfate, qui, tout le charbon étant détruit, ne peut plus subir de réduction.

Cette seconde addition d'acide sulfurique, qui prolonge un peu la durée de l'opération, est une garantie d'un bon dosage. Il est nécessaire, vers la fin, d'élever la température à un rouge un peu plus vif, mais elle ne doit pas être poussée jusqu'à produire la fusion ignée des cendres.

On retire la capsule, on la laisse refroidir sous une cloche contenant de l'air desséché par l'acide sulfurique ou le chlorure de calcium, on la pèse aussitôt le refroidissement par la méthode des doubles pesées, comme on l'a dit précédemment.

Le poids trouvé, déduction faite de celui de la capsule, donne le poids des cendres sulfuriques fourni par 2 grammes de mélasse ; en multipliant par 50 le nombre trouvé, on a la quantité de cendres sulfuriques correspondant à 100 grammes de mélasse.

Au lieu d'acide sulfurique, on peut employer, pour la seconde addition d'acide, dans le but de détruire les sulfures, s'il s'en est formé, de l'acide azotique pur, qui n'a pas l'inconvénient, comme l'acide sulfurique, de former des bisulfates qui ne se décomposent qu'à une température élevée.

Il y a un bon moyen de reconnaître si l'incinération a été bien pratiquée : c'est de traiter par l'eau froide le résidu contenu dans la capsule de platine. Il doit s'y dis-

soudre à peu près complètement, ne pas surtout laisser de grabeaux qui seraient dus à du charbon ; et la dissolution ne doit être ni acide ni alcaline.

La réaction acide indiquerait que l'incinération a été faite à une trop basse température ;

La réaction alcaline, que l'acide sulfurique n'a pas été ajouté en suffisante quantité.

Le résidu de l'incinération sulfurique représente les cendres sulfatées correspondant à 2 grammes de mélasse ; je dis les cendres sulfatées, parce que toutes les bases qui s'y trouvent y sont à l'état de sulfate.

Pour rapprocher le poids trouvé des cendres sulfatées du poids qu'auraient donné l'incinération ordinaire des mêmes bases à l'état de carbonates, c'est-à-dire des cendres carbonatées, on multiplie les cendres sulfatées par le coefficient 0,9 et l'on divise le produit par 1 ; l'on obtient ainsi un nombre moins élevé qui indique approximativement le poids des cendres carbonatées correspondant aux cendres sulfatées.

Je vais donner, pour exemple des calculs à faire pour établir ces nombres et leur quantité pour 100 grammes de mélasse, les nombres fournis par l'analyse modèle.

Ainsi, l'incinération sulfurique faite sur 20 cent. cubes de la dissolution normale de mélasse au 1/10e, a donné en cendres sulfatées. 0gr,264
soit pour 100 grammes de mélasse. 13gr,20
comme l'établit le calcul suivant :

$$\frac{0,264 \times 100}{2} = 13,20 \text{ de cendres sulfuriques,}$$

soit en cendres corrigées par le coefficient 0,9 = 11,88

$\frac{13,20 \times 0,9}{1}$ = cendres corrigées pour 100 grammes de mélasse 11,88

Plusieurs chimistes ont contesté la valeur du coefficient 0,9. Je renvoie pour cette question et pour tous les

autres détails inhérents à ce procédé, au § 11-V, qui y ont été longuement traitées.

12° *Dosage des matières organiques totales.* (Voir § 12.)

J'ai indiqué dans le § 12 le procédé employé généralement dans l'analyse des matières sucrées pour le dosage des matières organiques.

Ce procédé consiste à constater le manquant au poids de la matière sucrée, analysée après les déterminations suivantes :

1° De la qaantité d'eau;

2° De la quantité du sucre dosé par le saccharimètre ;

3° De la quantité de glucose dosée par la méthode cuprique ;

4° De la quantité des cendres sulfuriques transformées en carbonates au moyen du coefficient 9.

Le total formé par ces différents nombres, retranché du poids soumis à l'analyse, donne le poids des matières organiques contenues dans la quantité des matières analysées.

Dans l'analyse de la mélasse prise pour exemple :

La quantité d'eau pour 100 était de........	24,39
— de sucre dosé par le saccharimètre.	46,761
— de glucose.................	0,870
— de cendres corrigées par le coefficient 0,9..................	11,880
Soit un total de......................	83,901
La quantité de matières organiques totales était donc de......................	16,099
Soit ensemble.....................	100,000

§ 21.

V.

DOSAGE DES SELS, DES ACIDES ORGANIQUES ET INORGANIQUES ET DES BASES POTASSE, SOUDE, CHAUX ET MAGNÉSIE DANS L'ANALYSE CHIMIQUE INDUSTRIELLE DES MATIÈRES SUCRÉES. (Voir § II.)

Le dosage des sels, des acides organiques et inorganiques, et des bases potasse, soude, chaux et magnésie, dans l'analyse chimique indutrielle des matières sucrées, et particulièrement de la mélasse, comporte les opérations de laboratoire suivantes :

13° Le dosage de l'alcali ou de l'acide libre ;

14° Le dosage des sels à acides organiques à base de potasse et de soude réunis ;

15° Le dosage des sels à acides organiques à base de chaux et de magnésie réunis ;

16° Le dosage de la chaux et de la magnésie, ensemble ou séparément ;

17° Le dosage du chlore dans le chlorure de potassium ;

18° Le dosage de l'acide sulfurique existant à l'état de sulfate soluble ;

19° Le dosage de l'acide phosphorique ;

20° Le dosage de l'azote total et sous ses différents états.

Ces dosages vont être décrits successivement.

13° *Dosage de l'alcali ou de l'acide libres dans la mélasse.*

Les mélasses sont quelquefois acides, mais le plus souvent elles sont alcalines, et même très alcalines.

Il est très important, dans l'étude de la mélasse, et surtout pour en tirer des règles applicables à la fabrication du sucre, de déterminer la quantité d'alcali libre ou d'acide libre qui s'y trouve : on la détermine en saturant

l'alcali libre par une dissolution étendue d'acide sulfurique titrée, soit la liqueur alcalimétrique de Gay-Lussac, et l'acide libre par une liqueur acidimétrique de soude caustique correspondant à la liqueur alcalimétrique.

Pour opérer cette saturation, on prend soit un volume de 200 cent. cubes de la dissolution A de mélasse ; cette dissolution étant colorée, il est inutile, pour reconnaître son degré d'alcalinité ou d'acidité, d'y ajouter de la teinture de tournesol ; mais on peut suivre pendant l'opération l'état plus ou moins avancé de la saturation en plongeant une baguette en verre dans la dissolution et traçant une ligne sur le papier bleu ou rouge de tournesol après chaque addition d'acide ou d'alcali titré. Lorsque la saturation est complète, c'est-à-dire qu'elle ne produit plus aucun changement de couleur ni sur le papier bleu ni sur le papier rouge de tournesol, on note le nombre de degrés de la burette de Gay-Lussac qu'il a fallu employer pour arriver à la neutralité, et on le multiplie par 5 pour le rapporter à 100 grammes de mélasse.

La quantité d'acide ou d'alcali libre contenue dans 100 grammes de mélasse se trouve ainsi traduite en degrés alcalimétriques ou acidimétriques dont 100 cent. représentent 5 grammes d'acide sulfurique monohydraté. Si l'on a employé la liqueur alcalimétrique ordinaire, ou 0gr,5 si l'on a employé la liqueur décime.

L'alcali libre contenu dans la mélasse est en quantité très variable ; cet alcali est le plus généralement de la potasse ou de la soude à l'état caustique ou à l'état de carbonate ou même quelquefois de bicarbonate de soude ; rarement il s'y trouve de la chaux à l'état caustique ; en supposant qu'il en reste dans le jus après la double carbonatation, elle se trouve éliminée dans les différentes opérations qui suivent, soit la filtration, l'évaporation, les cuites et les recuites pour arriver jusqu'à la mélasse.

Lorsque l'alcali se trouve à l'état de carbonate ou de bicarbonate, la détermination du titre est plus difficile ; on doit opérer sur le liquide bouillant en mettant un petit excès de la liqueur alcalimétrique sulfurique ; et lorsque

l'effervescence a cessé, on dose à l'aide de la liqueur acidimétrique l'excès d'acide ajouté, et l'on déduit cet excès constaté du nombre de degrés de la liqueur alcalimétrique primitivement ajoutée.

En opérant le titrage à l'ébullition avec les liqueurs alcalimétrique et acidimétrique décime, c'est-à-dire avec une liqueur acide dix fois moins forte que la liqueur alcalimétrique ordinaire, on obtient une grande exactitude dans le titrage, surtout avec l'emploi de papiers de tournesol très sensibles.

Il peut être important, comme on le verra plus loin, de constater sous quel état se trouve l'alcali qui se rencontre dans les mélasses et autres matières sucrées et la quantité relative qui s'y trouve sous ces différents états, soit à l'état caustique, à l'état de carbonate et à l'état de bicarbonate.

Dans ces dernières années, divers chimistes ont cherché à substituer au tournesol, dans le titrage des acides et des alcalis, d'autres matières colorantes. En Allemagne, on emploie la fluorescine découverte par M. Boer en 1871 (1). La magnifique fluorescence que donne sa dissolution dans l'eau disparaît subitement par la présence des plus petites quantités d'acide libre, et est immédiatement reproduite par les alcalis (2).

M. C. Le Docte emploie dans son nécessaire alcalimétrique une dissolution d'acide rosolique qui se colore en rouge carmin foncé sous l'influence des alcalis et en jaune sous l'influence des acides (3).

On a aussi employé le phénol phtalique qui vise au rouge par les alcalis et se décolore complètement à la neutralité.

L'emploi de ces différents agents ne permet pas de doser l'alcali sous les trois états où il peut se rencontrer dans les liquides sucrés.

(1) *Moniteur scientifique* du Dr Quesneville, juillet 1874.
(2) *Journal des fabricants de sucre*, du 21 janvier 1877.
(3) Le Docte, *Journal des fabricants de sucre*, du 5 février 1879.

M. le docteur G. Lunge (1) propose un moyen de doser les alcalis existant mélangés à l'état caustique et à l'état de carbonate ; au lieu de tournesol, « il emploie un nou-« veau produit la phénacétoline, qui ajoutée aux liqueurs « alcalines donne une coloration brun jaune. Au fur et à « mesure de la saturation de l'alcali libre, cette teinte se « modifie et passe au rose faible persistant ; lorsque tous « les alcalis libres sont saturés, on note le volume d'acide « employé, mais on continue l'addition de l'acide jusqu'à « ce que la teinte redevienne jaune franc ou jaune d'or. « Cela dépend un peu de la quantitié de phénacétoline. »

Dernièrement M. Pellet (2) a recommandé un procédé basé sur les deux observations suivantes :

« 1° La phénacétoline substituée au tournesol permet de « doser à froid l'alcalinité totale d'une soude caustique, « d'un carbonate alcalin, ou enfin de leur mélange, abso-« lument comme s'il n'y avait dans le liquide que de la « soude ou des alcalis caustiques.

« 2° A froid, le phénol phtalique titre exactement les « dissolutions d'alcali caustiques, comme le tournesol et « la phénacétoline ; mais lorsqu'il y a des carbonates, la « quantité d'acide exigée par un volume déterminé de « solution pour obtenir la décoloration est d'autant plus « faible qu'il y a plus de carbonates.

« Nous nous sommes assuré que cette diminution appa-« rente du titre alcalin, dit M. Pellet, était proportionnelle « à la dose des carbonates alcalins existants, et c'est à « l'aide de ces deux réactifs que nous avons réussi à « doser dans un liquide :

« 1° L'alcalinité due aux alcalis caustiques ;

« 2° L'alcalinité due aux carbonates alcalins. »

Le procédé de M. Pellet dose donc par deux opérations successives le mélange d'alcali caustique et carbonaté ; mais lorsque le mélange se compose de carbonate et de

(1) *Moniteur scientifique* du Dr Quesneville, p. 538, 1882.
(2) Pellet, *La sucrerie indigène*, tome XX, p. 313, 1882.

bicarbonate, les deux composés ne se trouvent pas dosés séparément.

Ces trois états de l'alcali ne peuvent exister simultanément dans le même liquide ; avec l'alcali caustique il ne peut se trouver que du carbonate ; le bicarbonate ne peut exister que seul ou en mélangé avec le carbonate.

Dans un grand nombre de cas il est utile de pouvoir doser l'alcali sous ces trois états ; ce dosage est aussi très important dans les liquides sucrés comme on le verra plus loin.

Nous sommes arrivé à ce dosage par le procédé suivant, basé sur les réactions que nous allons indiquer :

Si l'on prend deux dissolutions titrées, équivalant à la liqueur alcalimétrique de Gay-Lussac, l'une de soude caustique, l'autre de carbonate de soude, soit 20° alcalimétriques de chacune, auxquels on ajoute 200 cent. cubes d'eau distillée, soit ensemble l'équivalent de 40° alcalimétriques sulfuriques, et qu'après y avoir ajouté quelques gouttes de teinture de tournesol, on sature avec la liqueur alcalimétrique ordinaire, en ayant soin de ne l'ajouter que goutte à goutte, en agitant constamment le liquide par un mouvement giratoire imprimé au vase qui le contient, on observe les faits suivants :

Arrivée vers le 35°, la couleur bleue de la dissolution vire au violet.

Si au lieu d'employer les doses d'alcali ci-dessus, on prend 10° alcalimétriques de soude caustique et 30° de carbonate de soude, la couleur bleue de tournesol vire au violet vers 30°.

Il est facile de comprendre ce qui se passe dans ces opérations : l'acide sulfurique ajouté dans le mélange se porte d'abord sur l'alcali caustique, puis sur le carbonate neutre lorsque l'alcali caustique est saturé ; l'acide carbonique mis en liberté se dissout dans le liquide, y est immédiatement absorbé par le carbonate neutre non saturé qui le transforme en bicarbonate : ce n'est que lorsque le carbonate de soude non saturé se trouve transformé en bicarbonate que la réaction sur la couleur bleue de tournesol

se produit ; si donc dans un semblable essai on note : 1° le nombre de degrés employés pour arriver à la saturation complète ; 2° les degrés employés entre le moment où le liquide a changé de teinte jusqu'à la saturation complète, ce nombre multiplié par 2 donne les degrés à l'état de carbonate.

Ce nombre retranché de la totalité des degrés employés donne un nombre restant représentant les degrés en alcali caustique.

De même, s'il existe un mélange de carbonate et de bicarbonate alcalin, la nuance violette du tournesol se manifestera aussitôt que tout le carbonate non saturé par l'acide sulfurique sera transformé en bicarbonate. En notant alors les degrés employés et les multipliant par 2, on aura le nombre de degrés à l'état de carbonate neutre ; en poursuivant l'expérience jusqu'à saturation complète, et notant les degrés employés depuis la naissance de la couleur violette jusqu'à la saturation complète, on aura la quantité de degrés à l'état de bicarbonate dans la dissolution ; retranchant de cette quantité le nombre de degrés employés pour arriver à la teinte violette, on obtient le nombre de degrés représentant l'alcali existant primitivement dans la dissolution à l'état de bicarbonate.

Une dissolution de carbonate alcalin, potasse ou soude, a exigé, pour faire passer la couleur bleue de tournesol à la teinte violette, 10° alcalimétriques ; le titre total de la dissolution, jusqu'à saturation complète, s'est trouvé de 40°. Alors la quantité d'alcali à l'état de carbonate était égale à $10 \times 2 =$ . . . . 20 degrés, et la quantité de bicarbonate préexistant dans la dissolution avant l'essai était de $40° - 20° =$ . . . . 20 degrés.

Nous avons utilisé ce moyen de dosage de l'alcali sous ces différents états, de 1840 à 1848, dans le raffinage des salins de mélasse, dans la caustification des lessives de potasse par la chaux, dans la fabrication de la potasse caustique, façon d'Amérique, et dans la fabrication des bicarbonates de potasse et de soude.

Il peut également être appliqué à la recherche de l'état

des alcalis dans les liquides sucrés, surtout dans la mé lasse, où l'alcali se trouve souvent en certaine quantité; mais la mélasse, même étendue de 9 fois son poids d'eau, donne une dissolution trop colorée pour percevoir le changement de teinte de la couleur de tournesol; on peut éviter cet inconvénient de la manière suivante :

Si, dans les expériences citées ci-dessus, on ajoute, avant le titrage, une dissolution d'un sel de chaux, par exemple quelques centimètres d'une dissolution de sulfate de chaux, il se forme un précipité floconneux de carbonate de chaux. Ce précipité ne disparaît pas pendant le titrage aussi longtemps qu'il existe dans la dissolution du carbonate alcalin. Il disparaît aussitôt qu'il n'y existe que du bicarbonate et que le bicarbonate commence à donner de l'acide carbonique libre, soit environ un demi-degré en plus que le point où la couleur bleue du tournesol passe au violet.

Ce caractère est suffisant pour servir de guide dans le dosage des alcalis sous les différents états dans les liquides colorés, et particulièrement dans la mélasse; seulement il est une précaution à prendre. Il arrive souvent qu'une mélasse paraissant ou même étant parfaitement limpide devient trouble lorsqu'on l'étend d'eau; nous avons trouvé des cas où ce trouble ne disparaît pas pendant la saturation, et alors la dissolution ne peut pas reprendre la limpidité caractéristique qu'elle acquiert par le précipité floconneux produit par l'addition de la dissolution de sulfate de chaux.

Lorsque ce cas se présente, il faut filtrer préalablement la dissolution, et n'ajouter le sulfate de chaux que dans le liquide filtré.

En même temps que le précipité disparaît, il se produit un caractère qui peut être utilisé lorsque la mélasse est peu alcaline; il suffit alors de l'étendre de son poids d'eau et d'examiner le moment précis où l'addition de la liqueur alcalimétrique détermine l'effervescence, c'est-à-dire le dégagement d'acide carbonique.

J'ai très souvent rencontré des mélasses où il n'était pas

possible d'ajouter une goutte de liqueur alcalimétrique sans provoquer un dégagement de gaz.

La constatation de la présence d'un bicarbonate même sans dosage, dans la mélasse destinée surtout à l'osmose, a même son degré d'utilité. (Voir § 18-II).

14° et 15° ***Dosage des sels à acides organiques à base de potasse, de soude, de chaux et de magnésie, contenus dans les matières sucrées, et particulièrement dans la mélasse de betteraves, et qui se rencontrent dans le produit de leur incinération à l'état de carbonates.*** (Voir § II).

La méthode de Dubrunfaut, que j'ai pratiquée dès 1838 dans son laboratoire, pour le dosage des bases potasse, soude, chaux et magnésie, en combinaison avec des acides végétaux dans les matières sucrées, qui a été sommairement indiquée § II, consiste à soumettre ces matières sucrées à l'incinération charbonneuse (1), à traiter le résidu de cette opération par de l'eau bouillante, de manière à dissoudre les sels solubles, qui sont particulièrement des carbonates de potasse et de soude, et à laisser dans le résidu insoluble les carbonates de chaux et de magnésie mélangés de charbon non brûlé et de quelques autres sels insolubles, comme du phosphate de chaux.

On dose la quantité de ces carbonates solubles et de ces carbonates insolubles à l'aide de la liqueur titrée d'acide sulfurique, soit la liqueur alcalimétrique de Gay-Lussac, contenant pour 50 cent. cubes ou 100°, 5 grammes d'acide sulfurique monohydraté.

On procède à l'incinération, ou plutôt à la carbonisation, de la manière suivante :

(1) Le mot incinération pour désigner cette opération est impropre et, pour en donner une idée juste, puisque l'opération n'est pas poussée, comme l'incinération proprement dite, jusqu'à la destruction du charbon, il serait préférable de la désigner sous le nom d'incinération charbonneuse et mieux encore sous le nom de *carbonisation* qui sera souvent employé dans la suite de ce travail.

On prend 200 cent. cubes de la dissolution de mélasse A au 1/10e, que l'on met dans une capsule en platine; on place la capsule sur le feu; bientôt la dissolution de mélasse entre en ébullition, s'évapore, se boursoufle, en répandant des gaz qui s'enflamment; lorsque le dégagement de gaz a cessé, il reste dans la capsule un résidu charbonneux que l'on chauffe jusqu'au rouge sombre.

On retire alors la capsule du feu, on la laisse refroidir, on broie à l'aide d'un pilon en porcelaine ce résidu charbonneux sans le sortir de la capsule, on verse dessus un décilitre d'eau distillée, on fait bouillir, on décante et l'on filtre dans un petit entonnoir, en ayant soin de laisser passer le moins possible de charbon sur le filtre; on jette de nouveau, sur le charbon resté dans la capsule, une nouvelle quantité d'eau que l'on fait bouillir et que l'on filtre de la même manière; on renouvelle le traitement à l'eau du résidu charbonneux jusqu'à ce que l'eau du dernier lavage ne soit plus alcaline; on réunit toutes ces eaux de lavage, et l'on en prend le titre alcalimétrique à l'aide de la burette et de la liqueur alcalimétrique de Gay-Lussac.

Ce titrage peut être pratiqué sur le liquide froid; mais il est beaucoup plus précis lorsqu'on opère sur le liquide bouillant, dans lequel il ne peut se former de bicarbonate qui contribue à fausser le résultat par sa réaction acide momentanée sur le papier sensible de tournesol. En opérant avec le liquide à l'ébullition, la réaction acide sur le papier de tournesol due à l'acide carbonique ne se produit plus, ou, lorsqu'elle se produit, elle est persistante et indique d'une manière plus précise et plus facile à saisir le moment exact où des traces d'acide sulfurique deviennent libres.

Le titre de cette dissolution donne la quantité d'acide sulfurique qu'il a fallu employer pour saturer les bases potasse et soude qui se trouvent à l'état de carbonates dans le produit de l'incinération de la mélasse.

On verse ensuite sur le résidu charbonneux retenu dans la capsule, auquel on ajoute le filtre bien lavé qui

a servi à la filtration du liquide, un décilitre d'eau distillée et un certain nombre de degrés de la liqueur alcalimétrique, dont on note le nombre; on fait bouillir pendant quelques minutes, et l'on titre l'acide non saturé, resté dans la capsule, par une liqueur alcaline titrée de soude caustique, dont le titre correspond au titre de la liqueur sulfurique, et, par suite, l'on constate la quantité de degrés d'acide non saturés. Le nombre de degrés trouvés, déduits des degrés employés, indique les degrés disparus qui ont été saturés par les carbonates insolubles de chaux et de magnésie.

La mélasse analysée servant d'exemple a donné, pour 200 cent. cubes de la dissolution au 1/10e A, c'est-à-dire pour 20 grammes de mélasse :

Titre alcalimétrique soluble. . . .		20 degrés.
—	— insoluble. . .	2°,4.

Ce qui donne pour 100 grammes de mélasse, titre soluble, 100.

Et pour 100 grammes, titre insoluble, 12.

Il faut toujours avoir soin d'ajouter un excès d'acide sulfurique pour titrer les carbonates insolubles, et constater, comme il vient d'être indiqué, les degrés d'acide non saturés restés libres dans l'eau après son ébullition avec le dépôt charbonneux.

Les bases potasse soude, chaux et magnésie qui se trouvent à l'état de carbonates dans le produit charbonneux de l'incinération représentent ces mêmes bases combinées à des acides organiques dans la mélasse, tels que les acides oxalique, malique, tartrique, acétique, lactique, etc. Il existe, en outre, une certaine quantité de nitrate de potasse; ce nitrate, en présence du charbon, se transforme également, pendant l'incinération de la mélasse, en carbonate de potasse.

L'acide azotique de l'azotate de potasse doit être compris parmi les acides organiques comme formés par la végétation, comme je l'ai établi dans mon travail sur la for-

mation des acides végétaux dans la betterave et dans les autres plantes saccharigènes (1).

Il se trouve en outre dans le résidu charbonneux des sels minéraux, tels que sulfate de potasse, chlorure de potassium solubles dans l'eau, et du phosphate qui se retrouve en combinaison insoluble avec la chaux.

Dans certains cas, par exemple si l'incinération se faisait à vase clos, il pourrait se former une certaine quantité de sulfure par la réduction du sulfate sous l'influence du charbon à la température rouge; mais l'on évite toujours la formation du sulfure en opérant la carbonisation à air libre, et surtout en laissant refroidir le résidu charbonneux à l'air; dans ce cas, s'il s'est formé du sulfure, il se reproduit du sulfate par l'absorption de l'oxygène de l'air.

Le chlorure de potassium est dosé par le nitrate d'argent, et le sulfate de potasse par le nitrate de baryte, ou par une nouvelle méthode, comme je l'indiquerai plus loin.

L'acide phosphorique doit être recherché dans la partie insoluble des cendres charbonneuses lessivées pour en extraire les sels solubles. Cette partie charbonnée contient, avec les carbonates insolubles de chaux et de magnésie, l'acide phosphorique également combiné avec la chaux.

Lorsqu'on se propose de doser l'acide phosphorique dans ce résidu, le titrage des carbonates doit se faire préalablement avec une liqueur titrée d'acide nitrique équivalente à la liqueur normale d'acide sulfurique.

Lorsque ce titre a été pris comme il a été indiqué plus haut, on décante le liquide surnageant, et l'on chauffe le résidu au rouge sombre pour achever de brûler tout le charbon, qui brûle facilement. Le résidu est traité, pour le dosage de l'acide phosphorique, comme on le verra plus loin.

(1) H. Leplay, *Comptes rendus de l'Académie des sciences*, du 28 novembre 1882.

Dans ces analyses, on doit admettre que dans les carbonates solubles, l'acide carbonique est combiné à la soude de préférence à la potasse, tandis que l'acide sulfurique et le chlore s'y trouvent combinés de préférence avec la potasse.

Ainsi, il ne peut exister de chlore à l'état de chlorure de sodium, tant qu'il existera dans la dissolution du carbonate de potasse.

Il ne peut exister d'acide sulfurique combinée à la soude, tant qu'il existera dans la dissolution du chlorure de potassium, ou du carbonate de potasse.

Il est nécessaire de tenir compte de ces faits, généralement ignorés ou mis en oubli, pour grouper chimiquement les résultats d'une analyse de mélasse.

Ainsi, le dosage de l'acide sulfurique doit être traduit en sulfate de potasse.

Le dosage du chlore doit être traduit en chlorure de potassium.

Le dosage de la potasse s'opère par le procédé ordinaire, c'est-à-dire à l'état de chlorure double de platine et de potassium.

Ce procédé est basé sur l'insolubilité dans l'alcool à 85° du chlorure double de platine et de potassium, tandis que le chlorure double de platine et de sodium y est soluble.

Lorsqu'on veut procéder à ce dosage, les carbonates de potasse et de soude qui existent dans le produit soluble de l'incinération doivent être transformés en chlorures; on opère cette transformation en déterminant le titre alcalimétrique par une liqueur titrée à base d'acide chlorhydrique correspondant à la liqueur alcalimétrique normale d'acide sulfurique.

On vérifie au moyen de l'eau de baryte si cette solution ne contient pas de sulfate, en opérant sur une petite partie de la dissolution. S'il se forme un précipité, c'est l'indice qu'il existe du sulfate, dont l'acide doit être éliminé et la base alcaline transformée en chlorure avant l'addition du chlorure de platine.

A cet effet, on traite par de l'eau de baryte en excès la dissolution saturée, jusqu'à ce qu'il ne se forma plus de précipité ; on y ajoute ensuite du carbonate d'ammoniaque et un peu d'ammoniaque pour précipiter toute la baryte, on complète la dissolution à un volume déterminé ; puis on filtre, et l'on prend la moitié du volume de la dissolution filtrée pour opérer le dosage de la potasse, qui représente ainsi la moitié du poids de la matière sucrée qui a été soumise à l'incinération.

On la fait bouillir jusqu'à dégagement de tout l'ammoniaque et du carbonate d'ammoniaque qu'elle contient, on la sature exactement par la liqueur titrée d'acide chlorhydrique jusqu'à neutralité, puis on traite par le chlorure de platine en excès, qui y détermine un précipité ; on reconnaît que la dissolution de chlorure de platine a été ajoutée en suffisante quantité, à la couleur jaune de la dissolution surnageant le précipité.

On évapore le tout au bain-marie à une température ne dépassant pas 80°, jusqu'à consistance sirupeuse, et l'on traite par l'alcool à 85°, qui y occasionne un précipité plus abondant que l'on recueille sur un double filtre, on le lave avec de l'alcool à 80°, qui dissout le chlorure double de platine et de sodium, et laisse indissous sur le filtre le chlorure double de platine et de potassium.

Ce précipité séché à 110° est pesé; il a pour composition $ClPt^2ClK$: 1 gramme de ce précipité représente 0,305 de chlorure de potassium.

Si la dissolution des chlorures après la saturation des carbonates par l'acide chlorhydrique ne contenait pas de sulfate, le traitement à la baryte serait inutile ; l'on pourrait y verser immédiatement la dissolution de chlorure de platine et procéder comme il vient d'être dit.

La quantité de potasse constatée doit d'abord servir à constituer le sulfate de potasse avec l'acide sulfurique trouvé, puis ensuite constituer le chlorure de potassium avec la quantité de chlore également trouvé ; puis, enfin, s'il reste un excès de potasse après ces prélèvements faits, il s'y trouve à l'état de carbonate.

On peut donc déterminer exactement par l'analyse et par des constatations directes :

La quantité de sulfate de potasse ;

La quantité de chlorure de potassium ;

La quantité de carbonate de potasse, qui se trouvent dans le produit de l'incinération.

Pour déterminer la quantité de carbonate de soude, il ne suffit plus que de retrancher du titre alcalimétrique trouvé pour les carbonates solubles, le titre alcalimétrique afférent au carbonate de potasse dosé comme il vient d'être indiqué, pour établir par différence le titre alcalimétrique afférent au carbonate de soude.

Si la quantité de potasse dosée à l'état de chlorure double de platine et de potasse n'était pas suffisante pour saturer d'abord l'acide sulfurique, puis ensuite le chlore, une partie de ce dernier se trouverait à l'état de chlorure de sodium, et la quantité de potasse manquant, ou de chlore excédant représenterait la quantité qui s'y trouve à l'état de chlorure de sodium.

Mais, il est exceptionnellement rare que les mélasses ne contiennent pas de potasse en suffisante quantité pour saturer complètement l'acide sulfurique et le chlore qui s'y trouvent. Il arrive même le plus souvent que le titre des carbonates solubles représente la moitié ou les deux tiers en carbonate de potasse, et l'autre moitié ou l'autre tiers en carbonate de soude, ou encore en carbonate double de potasse et de soude que Dubrunfaut a découvert dans les salins de mélasses.

Dans l'analyse de la mélasse et des matières saccharifères en vue de son application industrielle, il est inutile de tenir compte des quantités relatives de carbonate de potasse et de carbonate de soude qui se trouvent dans le produit de l'incinération, mais bien de la quantité d'acide sulfurique que leur mélange peut saturer, d'un côté à l'état de carbonates solubles, d'un autre côté à l'état de carbonates insolubles, afin de pouvoir apprécier le plus approximativement possible la quantité d'acides

organiques qui sature ces bases représentée par leur équivalent d'acide sulfurique monohydraté.

Ces acides organiques sont peu connus, et il est impossible, pour cette raison, d'en déterminer l'équivalent; mais on sait qu'il est généralement plus élevé que celui de l'acide sulfurique, de telle sorte que la quantité de cet acide employée pour neutraliser les carbonates solubles et insolubles représente toujours une quantité plus grande d'acides végétaux en poids. Il arrive même que certains de ces acides, comme par exemple l'acide métapectique et l'acide glucique, qui se rencontrent souvent dans les sirops et mélasses en cours de travail, ont un équivalent deux fois à deux fois et demi plus élevé que celui de l'acide sulfurique.

En attendant que l'on connaisse mieux la nature des différents acides organiques qui se trouvent combinés aux bases potasse, soude, chaux et magnésie dans les matières sucrées, il peut parfaitement suffire de les représenter par leur équivalent d'acide sulfurique monohydraté, soit en degrés alcalimétriques, soit en poids d'acide sulfurique monohydraté.

Les nombres obtenus, quoique ne représentant pas le poids des acides organiques, peuvent servir de point de comparaison dans l'analyse des matières sucrées et établir ainsi les quantités relatives des sels organiques qu'ils renferment.

Les sels de chaux et de magnésie également en combinaison organique dans les matières sucrées se retrouvent dans le résidu insoluble à l'état de carbonates insolubles et constituent le titre insoluble.

Ces deux bases se trouvent donc dosées ensemble et sans distinction, et leur quantité est, comme pour la potasse et la soude, représentée en équivalent d'acide sulfurique monohydraté; mais il existe un moyen facile de doser ces bases directement, soit ensemble, soit même séparément, en opérant même directement sur les dissolutions sucrées, et, par conséquent, en évitant la carbonisation, au moins pour les dissolutions sucrées contenant ces bases en dissolution.

16° *Dosage de la chaux et de la magnésie contenues dans les matières sucrées, et particulièrement dans la mélasse, dosées à l'état de mélange, et comptées comme chaux* CaO *dans les nombres obtenus par ce dosage.*

Dans le dosage des sels de chaux et de magnésie qui peuvent exister à l'état soluble dans la mélasse, il est assez indifférent de doser séparément la chaux et la magnésie, pour reconnaître la quantité relative de ces deux bases ; il est d'autant moins nécessaire de tenir compte de la magnésie, qu'elle ne s'y trouve qu'en petite quantité et pour ainsi dire exceptionnellement. On peut donc négliger dans l'analyse courante, faite surtout au point de vue industriel, de les doser séparément.

Cependant il est facile de le faire ; j'en indiquerai le moyen ; mais dans la méthode qui va être décrite, la magnésie sera dosée et comptée comme chaux (CaO).

Le moyen le plus facile et le plus rapide de doser la chaux et la magnésie confondues à l'état de sels dans la mélasse est la méthode hydrotimétrique de Boutron et Boudet; elle peut être appliquée soit directement sur la dissolution de mélasse A, soit encore sur le résidu insoluble dans l'eau de la carbonisation de la mélasse, comme on le verra plus loin. J'indiquerai d'abord la méthode la plus simple.

La méthode hydrotimétrique de Boutron et Boudet a pour point de départ « les curieuses observations du « Dr Clark, sur l'emploi de la teinture alcoolique de savon « pour mesurer la dureté des eaux ; elle est fondée sur la « propriété si connue que possède le savon de rendre « l'eau pure mousseuse et de ne produire de mousse dans « les eaux chargées de sels terreux, et particulièrement « à base de chaux et de magnésie, qu'autant que ces sels « ont été décomposés et neutralisés par une portion équi- « valente de savon et qu'il reste un petit excès de celui-ci « dans la dissolution (1).

(1) Note on the Examination of water for Towns, for its Hardness and the incrustation it deposits on boiling.

« Tel est le principe que le docteur Clark a établi, et, « à l'aide d'une burette graduée et d'une liqueur titrée « qu'il a mises en usage en Angleterre, on peut apprécier « la dureté des eaux et la proportion de matières incrus- « tantes qu'elles contiennent.

« Le fait fondamental sur lequel nous nous appuyons, « disent MM. Boutron et Boudet, est donc la production « de la mousse dans l'eau pure par le savon, et l'obstacle « que les bases terreuses apportent à cette production en « transformant le savon en composés insolubles.

« La formation de la mousse à la surface de l'eau est « d'ailleurs un phénomène si saillant, la proportion de « savon que nous avons reconnue nécessaire pour la pro- « duire (soit 1 décigramme par litre) est si faible, et le « moment où une eau calcaire et magnésienne cesse de « neutraliser le savon et devient mousseuse par l'agita- « tation est si facile à saisir, qu'une dissolution alcoolique « de savon peut être considérée comme un réactif extrê- « mement sensible pour déceler et doser les sels calcaires « et magnésiens dans les liquides très étendus tels que les « eaux de sources et de rivières (1). »

La théorie de ce procédé est très simple : le savon est un mélange d'oléate margarate et stéarate de soude, tous sels solubles, qui ont la propriété, en présence de sels de chaux et de magnésie solubles, de se transformer en oléates margarates et stéarates de chaux insolubles, qui ne peuvent communiquer à l'eau la propriété de devenir mousseuse par l'agitation ; il faut pour qu'elle le devienne, qu'elle contienne à l'état libre un peu de savon de soude, et l'eau ne peut en contenir qu'autant que toute la chaux et la magnésie en dissolution ont été précipitées à l'état insoluble.

Cette méthode, appliquée au dosage de la chaux et de la magnésie qui se trouvent à l'état de sels en dissolution dans la mélasse, est aussi précise et donne les mêmes ca-

(1) *Hydrotimétrie*, Brochure par Boutron et Boudet, 1866.

ractères que si l'on opérait sur de l'eau; seulement il faut avoir soin, si la dissolution de mélasse est acide, de la neutraliser.

On peut pratiquer ce dosage sur la dissolution A normale de mélasse qui n'a pas été, comme nous l'avons dit page 285, préalablement neutralisée ; la petite quantité d'alcali qu'elle contient ne nuit pas à l'exactitude du dosage.

Voici comment on doit opérer :

On prend à l'aide d'une pipette 10 cent. cubes de la dissolution normale de mélasse, en contenant 1 gramme. On les introduit dans un flacon à bouchon de verre d'environ 100 cent. cubes. On y ajoute 30 cent. cubes d'eau distillée, et l'on agite pour bien mélanger.

On verse ensuite dans le flacon, avec la burette hydrotimétrique de Boutron et Boudet, goutte à goutte, de la dissolution alcoolique de savon, dont la composition et la préparation seront indiquées plus loin, en ayant soin de bien agiter après chaque addition.

On continue ainsi des additions et des agitations successives jusqu'à production d'une mousse fine, légère, persistante pendant quelques minutes, formant une couche d'environ 1 centimètre d'épaisseur; arrivé à ce point, on lit sur la burette le nombre de divisions employées pour produire la mousse, et ce nombre multiplié par le nombre représentant la puissance de la dissolution de savon pour la précipitation de la chaux, soit par degré 0,000114, donne le poids de la chaux contenu dans 1 gramme de mélasse.

Le nombre de degrés hydrotimétriques employés dans l'analyse a été de 45, qui, multiplié par 0,000114, donne en chaux, pour 1 gramme de mélasse,

$$45^\circ \times 0{,}000114 = 0{,}00513 \text{ chaux},$$

soit pour 100 grammes de mélasse, chaux, 0,513.

S'il arrivait que le liquide à examiner fût trop riche en chaux, on prendrait 10 cent. cubes de la dissolution normale de mélasse, et l'on en formerait, par addition d'eau

distillée, un volume de 50 cent. cubes, ou même 100 cent. cubes ; on aurait ainsi une dissolution qui contiendrait 5 fois ou même 10 fois moins de mélasse, soit 0,20 ou 0,10; il faudrait alors multiplier par 5 ou par 10 le nombre de degrés de la burette employés, pour le rendre comparable à l'essai précédent.

Dans le premier cas, comme dans le deuxième cas, le nombre obtenu représente la chaux contenue dans 1 gramme de mélasse. On multiplie ce nombre par 100 pour représenter la chaux à l'état de sels dans la mélasse pour 100.

Au lieu d'opérer le dosage de la chaux sur la dissolution normale de mélasse, on peut le faire sur le résidu charbonneux insoluble, provenant de la carbonisation de la mélasse.

Ce résidu épuisé de tout alcali soluble contient la chaux et la magnésie à l'état de carbonates insolubles.

Pour dissoudre ces bases et les doser, on emploie, au lieu de la liqueur titrée d'acide sulfurique, une liqueur titrée d'acide nitrique qui les dissout. On lave le résidu charbonneux à l'eau distillée jusqu'à épuisement ; on réunit les eaux de lavage à la dissolution en complétant le volume jusqu'à ce qu'il représente 10 grammes de mélasse par 100 cent. cubes.

On en prend 10 cent. cubes, représentant 1 gramme de mélasse, et l'on fait l'essai hydrotimétrique, comme il a été dit ci-dessus.

Enfin, il est possible, par une légère modification dans l'application de la méthode hydrotimétrique, de doser séparément la chaux et la magnésie, en opérant comme suit :

Dosage de la chaux et de la magnésie séparément. — Après avoir dosé ensemble les deux bases chaux et magnésie par la méthode hydrotimétrique, on prend un même volume de dissolution normale de mélasse, soit 10 cent. cubes ; l'on y ajoute quelques gouttes d'une dissolution d'oxalate d'ammoniaque, qui y déterminent un précipité d'oxalate de chaux, jusqu'à ce que les dernières

gouttes ne forment plus de précipité, c'est-à-dire jusqu'à ce que toute la chaux soit précipitée ; alors, sans qu'il soit nécessaire de séparer le précipité, on complète le volume de 40 cent. cubes avec de l'eau distillée, et l'on fait l'essai hydrotimétrique. Le nombre trouvé dans ce deuxième essai représente la magnésie contenue à l'état de sels dans 1 gramme de mélasse. En retranchant ce nombre de celui trouvé dans le premier essai, on a un nombre représentant la chaux contenue également dans 1 gramme de mélasse.

Ainsi, si le premier essai hydrotimétrique a donné 45°, si le deuxième essai donne 15°, on en conclura que la chaux dans 1 gramme de mélasse y est représentée en degrés hydrotimétriques par 30, tandis que la magnésie y est représentée par 15 degrés.

On a vu plus haut que la dissolution alcoolique de savon représente en chaux, par degré, 0,000114.

L'équivalent de la chaux étant de $CaO = 350$,

L'équivalent de la magnésie de $MgO = 250$,

Il en résulte qu'un degré de la dissolution de savon correspondra en magnésie à 0.000081.

Alors on aura dans 1 gramme de mélasse analysée :

$$0{,}000114 \times 30 = \text{en chaux } 0{,}00342,$$

soit pour 100 mélasse, 0,342.

$$0{,}000081 \times 15 = \text{magnésie } 0{,}00121,$$

soit pour 100 mélasse, 0,121.

Ces nombres indiquent la chaux et la magnésie à l'état d'oxyde, sans tenir compte des acides avec lesquels elles se trouvent combinées, qui sont le plus souvent des acides organiques à équivalents très élevés.

A. *Composition et préparation de la liqueur hydrotimétrique.*

La liqueur hydrotimétrique, telle que nous l'employons, est composée de :

Savon amygdalin	50 grammes	
Alcool à 96°	1600	—
Eau distillée	1000	—

On râpe le savon pour le réduire en poudre, que l'on dissout dans l'alcool à l'aide de la chaleur d'un bain-marie d'eau; puis, lorsque la dissolution est complète, on y ajoute peu à peu, en agitant constamment, l'eau distillée; on laisse refroidir et on filtre.

B. *Détermination du titre de la liqueur hydrotimétrique.*

On détermine le titre de la liqueur hydrotimétrique au moyen du nitrate de baryte pur et sec.

A cet effet, on se sert d'une dissolution contenant, par 100 cent. cubes, 5gr,90 de ce nitrate.

On prend 10 cent. cubes de cette dissolution, contenant par conséquent 0gr,59 de nitrate de baryte; on les étend d'eau, de manière à obtenir une dissolution de 1 litre.

40 cent. cubes de cette dissolution devront exiger, pour produire à l'hydrotimètre la mousse caractéristique, 45° de la burette hydrotimétrique; mais ces 45° ne représentent réellement que 44°; le degré supplémentaire représente la quantité de liqueur hydrotimétrique nécessaire pour produire la mousse persistante, et n'est point utilisé à la précipitation de la chaux. En effet, l'eau distillée exige pour 40 cent. cubes 1 degré de la liqueur hydrotimétrique, pour produire la mousse persistante.

Si la mousse se produit avant que les 45° aient été ajoutés, c'est que la liqueur hydrotimétrique est trop forte; elle doit dans ce cas être étendue d'eau.

On trouve par le calcul suivant le volume que doit avoir la dissolution, et, par suite, la quantité d'eau distillée qu'il faut y ajouter pour donner les 45° indiqués ci-dessus.

Ainsi, si le degré obtenu pour produire la mousse dans la dissolution de baryte a été de 43°, soit réel 42°, et que le volume de la liqueur hydrotimétrique à corriger soit de

900 cent. cubes, le volume total de la liqueur hydrotimétrique devra être de $\frac{44 \times 900}{41} = 965^{cc}\,8/10$, volume de la liqueur hydrotimétrique normale indiquant 45° dans la dissolution de baryte, et dont chaque degré réel de la burette hydrotimétrique correspond à 0,000114 de chaux vive (CaO).

17° *Dosage du chlore existant dans les mélasses à l'état de chlorure de potassium.*

Le chlore contenu dans les mélasses y existe toujours à l'état de chlorure de potassium, par les raisons qui ont été données page 335; il peut être très facilement dosé par une dissolution titrée de nitrate d'argent, en opérant directement sur la dissolution normale de mélasse, comme l'a recommandé M. Pagnoul.

A cet effet, on prend 50 cent. cubes de cette dissolution au 1/10e B., représentant 5 grammes de mélasse; on y ajoute 200 cent. cubes d'eau distillée, puis quelques gouttes d'une dissolution de chromate de potasse, et l'on verse, à l'aide d'une burette graduée, goutte à goutte, de la dissolution titrée de nitrate d'argent, en ayant soin d'agiter constamment.

Chaque goutte y détermine un précipité blanc volumineux, qui se divise dans le liquide par l'agitation et prend une teinte grisâtre.

Peu à peu, à mesure que la précipitation augmente, on remarque que là où tombe la goutte de la dissolution de nitrate d'argent, il se produit une couleur rouge intense qui disparaît par l'agitation; on est alors sur la limite de la précipitation à l'état de chlorure d'argent de tout le chlore contenu dans la dissolution.

Il arrive un moment où la couleur rouge persiste malgré l'agitation; elle est due à du chromate d'argent, qui ne prend naissance et ne persiste que lorsqu'il n'y a plus de chlore en dissolution.

Cette coloration est très sensible et permet, avec un peu

d'habitude, de doser le chlore à l'état de chlorure en dissolution avec une grande précision.

Lorsque la dissolution de mélasse est très colorée, le changement de couleur du précipité est moins sensible; alors il est préférable de la traiter par le noir animal lavé à l'acide chlorhydrique, puis à l'eau distillée, pour en opérer la décoloration.

C. *Composition et préparation de la liqueur titrée de nitrate d'argent.*

Cette dissolution se prépare avec 47 grammes de nitrate d'argent pur, que l'on fait dissoudre dans de l'eau distillée en quantité suffisante pour obtenir 1 litre à 15° centigrades.

Chaque centimètre cube correspond à 1 centigramme de chlore.

Dans l'expérience ci-dessus, on a employé jusqu'à la teinte rouge 4^{cc} 5/10; on trouve par le calcul suivant la quantité de chlore contenue dans 100 de mélasse :

$$\frac{0,045 \times 100}{5} = 0,9 \text{ de chlore pour 100 de mélasse.}$$

On peut contrôler le titre réel de cette liqueur de nitrate d'argent en faisant dissoudre 1 gramme de chlorure de potassium pur dans de l'eau distillée en quantité suffisante pour obtenir une dissolution de 100 cent. cubes.

50 cent. cubes de cette dissolution, représentant 0,50 de chlorure de potassium, doivent exiger, pour leur précipitation en liqueur titrée de nitrate d'argent, 23^{cc} 77/100, d'après les calculs suivants :

La formule du chlore de potassium étant ClK,

L'équivalent	du chlore, Cl = ...	443,20
—	du potassium, K = ...	488,93
—	du chlorure de potassium, ClK =	932,13

$$\frac{443,20 \times 0,50}{932,13} = 0,2377, \text{ ou } 23^{cc},77/100.$$

On peut aussi, par le calcul suivant, traduire la quantité de chlore trouvée par l'analyse en chlorure de potassium :

$$\frac{932,13 \times 0,2377}{443,20} = 0,50 \text{ chlorure de potassium.}$$

Dans l'analyse de la mélasse donnée comme exemple, la quantité de chlore fournie par l'expérience étant de 0,9 p. 100, ce nombre correspond, en chlorure de potassium, à 1,89 p. 100, d'après le calcul suivant :

$$\frac{932,13 \times 0,9}{443,20} = 1^{gr},89.$$

On peut aussi employer, pour doser le chlore contenu dans la mélasse, la dissolution provenant du lavage des cendres charbonneuses de la carbonisation de la mélasse; cette dissolution contient tous les sels de potasse et de soude à l'état de carbonates, chlorure et sulfate; mais pour opérer le dosage du chlore par la méthode indiquée ci-dessus, il faut agir sur la dissolution neutralisée par l'acide sulfurique.

Les résultats doivent être identiques dans les deux cas.

18° *Dosage de l'acide sulfurique à l'état de sulfate dans les mélasses.*

L'acide sulfurique existe en très petite quantité dans les mélasses normales; il s'y trouve toujours combiné avec des bases et à l'état de sulfate.

Lorsqu'on veut en pratiquer le dosage, on doit opérer sur la dissolution provenant du lavage du résidu charbonneux de la carbonisation de la mélasse; l'acide sulfurique s'y trouve en combinaison avec la potasse à l'état de sulfate de potasse.

On doit opérer sur cette dissolution après l'avoir saturée par de l'acide nitrique pur jusqu'à excès d'acide.

On y verse d'une dissolution de nitrate de baryte jus-

qu'à ce qu'il ne se forme plus de précipité, puis on recueille ce précipité sur un filtre double à la manière ordinaire, on le lave, on le dessèche à l'étuve, et l'on constate ainsi le poids du sulfate de baryte obtenu.

Le poids du sulfate de baryte donne le poids du sulfate de potasse qui y correspond, par le calcul suivant :

L'équivalent du sulfate de baryte étant $SO^3\,BaO = 1458$

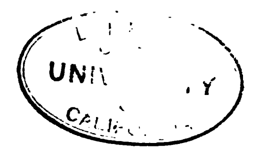
L'équivalent du sulfate de potasse. . . . $SO^3\,KO = 1088,93$

Ces nombres conduisent aux résultats suivants pour la mélasse analysée : la dissolution provenant du lavage du résidu charbonneux de la carbonisation de 100 cent. cubes de la dissolution contenant 10 grammes de mélasse, a donné en sulfate de baryte 0gr,010, soit pour 100 grammes de mélasse, 0gr,10, correspondant en sulfate de potasse à 0,0746 p. 100 grammes, suivant le calcul :

$$\frac{1088,93 \times 0,10}{1458} = 0,0746 \text{ sulfate de potasse.}$$

Je suis arrivé, dans ces derniers temps, à un moyen de dosage de l'acide sulfurique des sulfates alcalins, beaucoup plus rapide que celui qui vient d'être décrit.

Ce moyen consiste à prendre un volume déterminé de la dissolution de sulfate, à y ajouter un excès d'une dissolution de baryte caustique limpide, à ajouter à la dissolution ainsi traitée, sans même séparer le précipité, une solution de carbonate d'ammoniaque rendue ammoniacale par l'addition d'ammoniaque libre jusqu'à refus de précipité ; on complète le mélange à un volume soit double, soit triple du volume primitif, on agite pour opérer le mélange, et l'on jette le tout sur un filtre ; puis on prend un volume déterminé du liquide filtré, soit un volume égal à celui de la dissolution primitive avant le traitement, on le fait bouillir pendant quelques minutes jusqu'à ce qu'il ne se dégage plus d'ammoniaque, et l'on détermine sur le liquide restant son titre alcalimétrique, avec la liqueur normale de Gay-Lussac ; le titre trouvé, doublé ou triplé selon que la dissolution primitive a été doublée ou triplée, représente la quantité d'acide sulfurique contenue dans le



sulfate, en prenant pour base de calcul que 100° alcalimétriques représentent 5 grammes d'acide sulfurique SO^3HO ou 8gr,888 de sulfate de potasse SO^3KO, d'après le calcul suivant :

$$\frac{1088,93 \times 5}{612,5} = 8,888 \text{ sulfate de potasse.}$$

Les réactions chimiques qui se produisent dans ce procédé sont faciles à comprendre. L'eau de baryte a pour effet de décomposer le sulfate de potasse en sulfate de baryte insoluble qui se précipite, et en potasse caustique qui reste en dissolution.

Mais cette dissolution contient en outre un excès de baryte qu'il est essentiel d'éliminer : l'addition du carbonate d'ammoniaque forme immédiatement du carbonate de baryte qui se précipite, et la dissolution filtrée ne contient plus que de la potasse caustique et du carbonate d'ammoniaque en excès.

L'ébullition que l'on fait subir à cette dissolution a pour effet de dégager le carbonate d'ammoniaque en excès et de n'y laisser que la potasse caustique correspondant à la quantité de sulfate de potasse contenue dans le liquide à analyser.

Le titre alcalimétrique, c'est-à-dire la neutralisation de la potasse libre par l'acide sulfurique, rétablit le sulfate de potasse tel qu'il existait, et sur lequel on peut répéter la même opération ou tout autre moyen comme contrôle.

Ce procédé de dosage étant pratiqué au moyen de liqueurs titrées sur des volumes de dissolution bien déterminés, dispense de la dessiccation du précipité et des doubles pesées, est tout aussi exact et beaucoup plus rapide.

19° *Dosage de l'acide phosphorique contenu dans les matières sucrées, et particulièrement dans la mélasse.*

Le dosage de l'acide phosphorique dans les liquides sucrés, et particulièrement dans la mélasse, s'opère de la manière suivante :

Le résidu charbonneux de la carbonisation de la matière sucrée soumise à l'analyse qui a servi à la détermination du titre alcalimétrique soluble potasse et soude, et du titre alcalimétrique insoluble chaux et magnésie, par une liqueur normale d'acide nitrique, étant bien lavé à l'eau bouillante, est ensuite chauffé au rouge dans la même capsule de platine dans laquelle a été faite la carbonisation; lorsque tout le charbon est brûlé, ce qui a lieu rapidement, on traite le résidu par un excès d'acide chlorhydrique pur, soit, par exemple, 2 à 5 cent. cubes, et la même quantité d'eau; on fait bouillir, et on maintient l'ébullition pendant environ 1/4 d'heure, dans le but de réduire à l'état de phosphate le pyrophosphate qui a pu se former pendant l'incinération, en ayant soin de remplacer de temps en temps l'eau évaporée.

Après cette ébullition, le liquide est saturé par de la soude et ramené au volume de 50 cent. cubes; on y ajoute ensuite 5 cent. cubes d'une dissolution d'acétate de soude acidifiée par l'acide acétique, et l'on titre le liquide par l'acétate d'urane, en faisant tomber goutte à goutte la liqueur titrée d'acétate d'urane à l'aide d'une burette de Moorr, jusqu'à ce qu'une goutte, prise à l'aide d'une baguette en verre, touchant une goutte de ferrocyanure de potassium placée sur une assiette de porcelaine, donne un précipité coloré en brun. Tout le temps qu'il existe de l'acide phosphorique, le liquide ne produit ni trouble ni coloration avec la dissolution de ferrocyanure de potassium, par cette raison qu'il ne contient pas de sel d'urane en dissolution; mais aussitôt que tout l'acide phosphorique se trouve précipité et qu'il existe la plus légère trace d'acétate d'urane, la réaction colorée avec le ferrocyanure de potassium se produit.

Il est quelques précautions à prendre pour obtenir des nombres exacts avec ce procédé d'analyse.

Il faut opérer sur des quantités de matière à analyser contenant au moins 1 centigramme et au plus 5 centigrammes d'acide phosphorique.

L'opération du titrage doit se faire sur une dissolution

chauffée à une température n'ayant pas moins de 50° centigrades.

La dissolution de ferrocyanure de potassium qui sert de réactif pour reconnaître la fin de l'opération doit être neutre; cette dissolution est le plus souvent alcaline; il faut avoir soin de la rendre neutre en y ajoutant une quantité suffisante d'acide sulfurique, sans la rendre acide.

Pour rendre le point terminal du dosage facile à saisir, il faut, suivant les recommandations de M. Joulie, se servir d'une assiette en porcelaine enduite d'une légère couche de suif, et sur laquelle on dispose à l'avance des gouttes de ferrocyanure de potassium, qui conservent parfaitement leur forme et que le corps gras empêche de s'étendre.

Il n'est pas nécessaire de sépren le dépôt insoluble dans l'acide chlorhydrique pour opérer le titrage de l'acide phosphorique : sa présence ne nuit en rien au résultat de l'analyse.

D. — *Préparation de la liqueur d'acétate d'urane titrée.*

La liqueur d'urane se prépare avec :

Acétate d'urane pur.........	20 grammes
Acide acétique pur..........	5 cent. cubes
Eau distillé quantité suffisante pour une dissolution de	1 litre.

On en détermine le titre avec une dissolution de phosphate de soude pur, contenant en phosphate de soude, par litre, 10gr,085, ou 1 décigramme d'acide phosphorique par 50 cent. cubes.

Le résidu insoluble de l'incinération de 20 grammes de mélasse, traité et dissous dans l'acide chlorhydrique, comme il a été dit ci-dessus, a exigé, pour la précipitation de tout l'acide phosphorique, 20 cent. cubes de dissolution titrée d'acétate d'urane, qui représentent en acide phosphorique

0,04, soit pour 100 grammes de mélasse en acide phosphorique, 0gr,20.

Si la matière sucrée à analyser contenait peu d'acide phosphorique, ou si l'acide phosphorique se trouvait disséminé dans une grande quantité de matières insolubles produites par l'incinération, il faudrait avoir recours au moyen suivant :

On prend 2 grammes, ou 5 grammes, ou au besoin 10 grammes du produit de l'incinération ; après l'avoir broyé et rendu bien homogène, on le délaye dans 40 cent. cubes d'eau, et l'on y ajoute 10 cent. cubes d'acide nitrique pur et concentré ; l'on fait bouillir pendant 10 à 15 minutes ; on laisse refroidir et l'on forme avec le tout un volume de 100 cent. cubes ; on filtre sur un petit filtre lisse préalablement lavé avec de l'acide nitrique au vingtième. On prend 90 cent. cubes du liquide filtré et clair que l'on évapore jusqu'au volume de 15 à 20 cent. cubes ; on y ajoute ensuite 50 cent. cubes de la dissolution de molybdate d'ammoniaque ; on chauffe à 50° à une douce chaleur, en évitant la concentration (*point très important*), jusqu'à précipitation du précipité jaune ; ensuite on le met, dans un vase fermé, à l'étuve à 40° pendant 12 heures pour achever la précipitation.

Alors le précipité est parfaitement déposé, le liquide est très clair ; on le décante au moyen d'un petit siphon, et le précipité humide est additionné d'un peu d'eau, de manière à réduire la concentration de l'acide qui le mouille, au tiers environ, pour en opérer la filtration. On jette le tout sur un filtre lavé à l'acide nitrique, et on lave le précipité avec de l'acide nitrique étendu de 2/3 d'eau.

On prend ce filtre ainsi lavé, on l'éponge dans du papier à filtre et on le fait sécher. Le filtre séché est pesé : le poids net du précipité jaune, qui est un phospho-molybdate d'ammoniaque pur, contient 3,6 p. 100 d'acide phosphorique PhO^5.

On peut contrôler la quantité d'acide phosphorique contenue dans ce précipité par l'essai à l'acétate d'urane.

A cet effet, au lieu de dessécher le précipité après

l'avoir recueilli sur le filtre, on le redissout en lavant le filtre avec une dissolution d'ammoniaque formée de 3 parties d'eau et 1 partie d'ammoniaque, et l'on traite la dissolution ainsi obtenue par une dissolution d'un mélange de sulfate de magnésie et de chlorhydrate d'ammoniaque; on y ajoute de l'ammoniaque en excès, et l'on obtient un précipité de phosphate ammoniaco-magnésien qui peut mettre jusqu'à 12 heures pour sa précipitation complète.

Ce précipité est recueilli sur un filtre, lavé à l'eau ammoniacale au 1/4, puis dissout dans l'acide nitrique au 1/10. — La dissolution est ensuite saturée par de la soude, et le liquide, ramené au volume de $0^{cc},50$, est additionné de 5 cent. cubes de liqueur d'acétate de soude et d'acide acétique, puis titré à chaud à près de 100° par la liqueur titrée d'acétate d'urane.

Le nombre de degrés employés doit correspondre à la quantité d'acide phosphorique indiquée par le précipité de phospho-molybdate d'ammoniaque.

E. — *Préparation de la dissolution de molybdate d'ammoniaque.*

La dissolution de molybdate d'ammoniaque est préparée avec 10 grammes d'acide molybdique, que l'on dissout à froid dans 80 grammes d'ammoniaque concentrée, et l'on ajoute 200 cent. cubes d'acide nitrique concentré; par le mélange, la dissolution s'échauffe et reste légèrement trouble; on doit la filtrer sur un double filtre.

Tous les filtres employés dans ces analyses doivent être préalablement lavés à l'acide nitrique au quart, puis par l'eau, et séchés.

F. — *Préparation de la dissolution de chlorhydrate d'ammoniaque et de sulfate de magnésie.*

On fait dissoudre chlorhydrate d'ammoniaque. 200 gr.
— sulfate de magnésie. . . . . 300 —

dans une quantité d'eau suffisante pour faire un titre de chaque dissolution.

20° *Dosage de l'azote contenu dans les matières sucrées.*

L'azote peut exister dans les matières sucrées sous quatre états différents :

1° A l'état d'ammoniaque, le plus souvent combinée à un acide;

2° A l'état de nitrate ou de nitrite de potasse ou de soude ;

3° En combinaison organique basique, telle que la bétaine, l'asparagine, etc.;

4° En combinaison organique protéique, telle que l'albumine, la caséine, etc.

L'azote protéique ne se rencontre pas ou se rencontre en trop petite quantité dans les liquides sucrés en cours de travail dans la fabrication et le raffinage des sucres, tels que sirop et mélasse ; mais cette distinction entre l'azote organique et l'azote protéique est surtout indispensable dans l'analyse des pulpes au point de vue de la détermination de leur valeur dans l'alimentation du bétail.

Il est possible de doser l'azote total par une seule opération dans les matières sucrées, mais on peut également arriver à le doser sous les différentes formes indiquées ci-dessus, par les procédés qui vont être successivement indiqués.

I.

PROCÉDÉ DE DOSAGE DE L'AZOTE TOTAL. — PROCÉDÉ WARENTRAPP ET WILL PERFECTIONNÉ PAR M. PÉLIGOT.

Le moyen d'arriver à doser l'azote dans sa totalité consiste à transformer tout l'azote contenu dans la mélasse ou autres composés sucrés, en ammoniaque, par un moyen qui agisse en même temps sur l'azote sous les différents états indiqués ci-dessus.

Le procédé qui réunit ces conditions est celui de MM. Warentrapp et Will ; il consiste à brûler la matière à analyser, mélangée de chaux et de soude caustique, dans un tube en verre chauffé au rouge sombre, à la manière des analyses organiques, et à recueillir les vapeurs qui se dégagent dans le même tube à boules de Liébig, mais dans lequel on met de la liqueur alcalimétrique pour absorber l'ammoniaque.

On dispose et on conduit l'expérience exactement comme pour les analyses organiques ; à cet effet, on prend un tube en verrre à analyse organique ; on met au fond du tube, du côté de la partie effilée et fermée, **2** à **3** grammes d'acide oxalique pur, que M. Péligot recommande de mélanger à de la poudre grossière de chaux sodée (1), puis on remplit le tube jusqu'au quart de sa longueur de chaux sodée seule ; on pèse ensuite **2** gr. de mélasse dans une petite capsule de platine que l'on recouvre de chaux sodée, et on l'introduit avec précaution dans le tube en verre, en la faisant glisser jusqu'à la chaux sodée ; puis on achève de remplir le tube en verre de chaux sodée, et l'on met le tube ainsi chargé en communication avec l'appareil à boules de Liébig, chargé de liqueur alcalimétrique, par l'intermédiaire de son flacon de sûreté.

L'appareil étant ainsi disposé et mis en place dans son fourneau, on le chauffe au rouge, en prenant la précaution ordinaire de chauffer d'abord la partie du tube en verre la plus rapprochée des tubes à boules ; puis, peu à peu, vers le milieu du tube, puis enfin vers l'extrémité opposée.

Lorsque le tube est au rouge sombre dans toute sa longueur, excepté dans la partie qui contient l'acide oxalique, et que le barbotage des gaz dans le tube à boules commence à cesser, on chauffe alors la partie qui contient l'acide oxalique destiné à produire par sa décomposition par la chaux sodée, sous l'influence de la chaleur, de

(1) Péligot, *Traite de chimie analytique*, p. 298, 1883.

l'hydrogène qui, en circulant dans le tube, balaye la chaux sodée de tout le gaz ammoniaque qui pourrait rester dans le tube.

Lorsque l'expérience est terminée, on dose l'acide restant libre dans la liqueur alcalimétrique de l'appareil à boules à l'aide d'une liqueur acidimétrique, et la différence entre le titre employé et le titre trouvé après l'expérience représente le titre alcalimétrique saturé par l'ammoniaque dégagée.

Le nombre des degrés saturés, multiplié par 50, donne le nombre de degrés correspondant à 100 gr. de mélasse.

Si dans cette expérience le nombre de degrés saturés se trouve être par exemple de 10° de la liqueur décime, 1° de la liqueur alcalimétrique normale, soit pour 100 gr. de mélasse 50° degrés, on aura, par le calcul suivant, tout l'azote contenu dans 100 gr. de mélasse, quelle que soit la forme sous laquelle cet azote s'y trouve.

$$50 \times 0{,}01428 = \text{azote } 0{,}7140.$$

Ce procédé dose l'azote sous toutes les formes où il peut se rencontrer dans les matières organiques; mais il ne pourrait doser l'azote des nitrates, s'il ne s'y trouvait pas en présence de matières contenant du carbone.

Préparation de la chaux sodée.

On la prépare de la manière suivante : On prend de la chaux éteinte en poudre et tamisée et l'on en fait une pâte épaisse avec une dissolution de soude caustique. On fait sécher cette pâte et on la porte au rouge sombre dans un creuset. Elle doit être sortie du creuset encore rouge, reçue dans un vase en fonte et agitée avec une cuiller en fer pendant le refroidissement, de manière à lui faire prendre une forme granuleuse.

Les doses à employer pour composer cette pâte sont :

Chaux vive.	3	parties.
Soude à la chaux.	1	—
Eau.	6	—

Cette chaux sodée doit être conservée dans un flacon bouché à l'émeri, pour éviter l'action de l'acide carbonique de l'air.

II.

DOSAGE DE L'AZOTE EXISTANT DANS LES MATIÈRES SUCRÉES A L'ÉTAT D'AMMONIAQUE.

L'azote contenu à l'état d'ammoniaque, soit libre, soit en combinaison avec un acide, dans les matières sucrées, y existe en général en petite quantité; ce dosage n'a donc pas le plus souvent une grande importance; on le pratique en faisant bouillir un poids déterminé de la matière sucrée à analyser avec de la magnésie, dans un vase clos, par exemple un ballon en verre, et on dirige les vapeurs qui s'en échappent à travers une liqueur acide titrée, qui absorbe l'ammoniaque (1).

Connaissant, avant l'expérience, le nombre des degrés alcalimétriques de la liqueur acide employée, constatant, après l'expérience, le nombre de degrés d'acide restant, on en conclut le nombre de degrés d'acide saturés et, par suite, la quantité d'ammoniaque dégagée contenue dans la quantité de matière employée.

La magnésie a été recommandée de préférence à la chaux ou à toute autre base, par cette raison qu'elle décompose les sels ammoniacaux en se substituant à l'ammoniaque, tandis que son action est nulle sur les matières azotées qui ne contiennent pas d'ammoniaque toute formée.

L'appareil dont on se sert pour ce dosage de l'ammoniaque est un ballon en verre, en communication avec un tube à boules de Liébig, semblable à celui qu'on emploie dans les analyses organiques; on place entre le ballon et le tube à boules un flacon de sûrets à deux tubulures pour éviter l'absorption de la liqueur alcalimétrique dans le ballon.

(1) Ce procédé a été découvert par M. Boussingault.

On pèse 50 grammes de mélasse dans le ballon, on y ajoute environ 200 cent. cubes d'eau et 2 grammes de magnésie calcinée (MgO), délayée dans un peu d'eau prélevée sur les 200 cent. cubes, et l'on mélange bien en agitant.

Puis on met le ballon en communication avec le flacon de sûreté et le tube de Liébig dans lequel on a introduit la liqueur alcalimétrique; on chauffe le ballon jusqu'à l'ébullition; après un quart d'heure l'expérience doit être terminée.

On peut s'assurer si l'expérience est complète, c'est-à-dire si l'ébullition a été suffisamment prolongée pour dégager toute l'ammoniaque, en débouchant le ballon lorsque le liquide est encore bouillant; on plonge dans l'atmosphère du ballon du papier de tournesol rougi. Si le papier devient bleu, c'est un indice certain que toute l'ammoniaque n'a pas été dégagée et alors l'ébullition doit être reprise et prolongée plus longtemps, enfin jusqu'à ce que les vapeurs qui se dégagent du ballon en ébullition ne soient plus ammoniacales.

Lorsque l'expérience est terminée, on démonte l'appareil, on vide dans un verre à pied le liquide que contient le tube à boules, on le lave à plusieurs reprises avec de l'eau, jusqu'à ce que la dernière eau de lavage ne soit plus acide, et on réunit les eaux de lavage au liquide primitif contenu dans le verre à pied. On passe un peu de l'eau acide dans le flacon à deux tubulures et on le lave de la même manière, en réunissant toutes les eaux, et l'on prend le titre alcalimétrique du liquide avec la liqueur acidimétrique correspondant à la liqueur alcalimétrique à l'aide de la burette de Gay-Lussac, à la manière ordinaire.

Si la liqueur alcalimétrique mise en expérience correspondait en degrés alcalimétriques, par exemple, à 50°
et que l'essai acidimétrique, après l'expérience, indique. . . . . 45°
on en conclura qu'il s'y trouve à l'état de sulfate d'ammoniaque. . . . . 5°

et comme on opère seulement sur 50 grammes de mélasse, on aura donc, pour 100 grammes . . . . 10°

On peut traduire ces 10° alcalimétriques, soit en sulfate d'ammoniaque, soit en ammoniaque, soit en azote, avec les données et les calculs suivants. Soit l'équivalent de sulfate d'ammoniaque AzH^3, HO, SO^3

212,50 + 112,50 + 500 = l'équivalent de sulfate d'ammoniaque 825

On a vu, page 311, que la liqueur alcalimétrique contenait, pour 100°, 5 grammes d'acide sulfurique monohydraté, dont l'équivalent est de. 612,50

10° alcalimétriques correspondent donc, en acide sulfurique monohydraté, à. 0gr,50

D'après le calcul suivant :

$$\frac{5 \times 10}{100} = 0{,}50 \text{ acide sulfurique monohydraté,}$$

correspondant en sulfate d'ammoniaque à. 0,673

D'après le calcul suivant :

$$\frac{825 \times 0{,}50}{612{,}50} = 0{,}673 \text{ sulfate d'ammoniaque}$$

correspondant en ammoniaque à. 0gr,1734

$$\frac{212{,}50 \times 0{,}50}{612{,}50} = 0{,}1734 \text{ ammoniaque,}$$

correspondant en azote à. 0gr,1428

$$\frac{175 \times 0{,}50}{612{,}50} = 0{,}1428 \text{ azote.}$$

On peut, si on le désire, obtenir la contre-épreuve de ce dosage. Il suffit pour cela, après avoir saturé l'excès d'acide de la liqueur alcalimétrique par la liqueur acidimétrique jusqu'à neutralité, d'ajouter à la même dissolution un excès de la liqueur acidimétrique, en constatant le nombre de degrés de la burette employés en sus de la

neutralisation; puis on fait bouillir la liqueur devenue alcaline jusqu'à ce qu'il ne se dégage plus d'ammoniaque, c'est-à-dire jusqu'à réduction d'au moins un quart du volume de la dissolution; puis l'on constate avec la liqueur alcalimétrique sulfurique le nombre de degrés d'alcali restant. Ce nombre, retranché de l'excédent d'alcali ajouté après la neutralisation, représente l'ammoniaque dégagée, et cette quantité doit correspondre au degré d'acide précédemment disparu, c'est-à-dire à 5° alcalimétriques ordinaires, ou à 10° pour 100 grammes de mélasse.

III.

DOSAGE DE L'AZOTE CONTENU DANS LES MÉLASSES A L'ÉTAT DE NITRATES OU DE NITRITES.

Ce procédé a été longtemps employé dans le laboratoire Dubrunfaut. Il est basé sur la réduction des acides oxygénés de l'azote par l'hydrogène naissant, et leur transformation en ammoniaque.

L'azote y est dosé à l'état d'ammoniaque, comme dans le procédé qui vient d'être décrit; l'appareil est exactement le même.

Voici comment ce procédé doit être pratiqué :

On prend 2 grammes de mélasse,
4 grammes de limaille de fer non oxydé,
8 grammes de limaille de zinc,
16 grammes de soude caustique (à la chaux) sèche.
100 cent. cubes d'alcool à 90 degrés.

On dissout la soude caustique dans l'alcool, ainsi que la mélasse; on met le tout dans le ballon de l'appareil, avec la limaille de fer et de zinc, et l'on met le ballon en communication avec le flacon de sûreté à deux tubulures et le tube à boules garni de la liqueur alcalimétrique; puis on abandonne ce mélange à lui-même pendant une demi-heure, à la température ordinaire; ensuite on chauffe de

manière à produire une ébullition ménagée pendant environ une heure et demie.

Après ce temps, on peut considérer l'expérience comme terminée, c'est-à-dire tout l'azote nitreux ou nitrique transformé en ammoniaque, et l'ammoniaque complètement dégagée et absorbée par la liqueur acide contenue dans le tube à boules de Liébig.

On reconnaît, comme dans l'expérience précédente, la quantité d'ammoniaque dégagée par le nombre de degrés alcalimétriques saturés, et l'on peut conclure de ces nombres la quantité d'azote existant à l'état de nitrate par le même calcul précédemment donné, c'est-à-dire que 1° alcalimétrique saturé représente en azote **0,01428**.

La quantité de mélasse employée dans l'expérience cidessus étant de 2 grammes, le nombre de degrés alcalimétriques saturés doit donc être multiplié par 50, pour les rapporter à 100 de mélasse.

Si, par exemple, la quantité d'acide saturé a été de 0°,75 ou 7°,5 de la liqueur alcalimétrique décime, que l'on doit employer de préférence dans ces expériences, on a pour 100 grammes de mélasse 0°,75 $\times$ 50 = 37°,5, soit en azote 37°,5 $\times$ 0,01420 = 0gr,535 azote.

Ce nombre ne représente point seulement l'azote à l'état de nitrate, mais également l'azote à l'état d'ammoniaque dosée par la précédente expérience; pour avoir la quantité d'azote à l'état de nitrate, il faut déduire de. . . 0,535

la quantité trouvée à l'état d'ammoniaque. . 0,1428

Il reste donc pour l'azote à l'état de nitrate. . 0,3922

Si l'on voulait traduire cette quantité d'azote en nitrate, et surtout en nitrate de potasse, qui est le seul qui soit contenu dans la mélasse, on y arrive par le calcul suivant :

L'équivalent de l'azote étant. 175

L'équivalent du nitrate de potasse représenté par la formule suivante :

	KO =	588,93
	AzO^5 =	675,00
sera de		1263,93

On aurait donc

$$\frac{1263,93 \times 0,3922}{175} = 2,832 \text{ de nitrate de potasse p. } 100.$$

On peut encore traduire l'azote en nitrate de potasse en multipliant la quantité constatée à l'état de nitrate par le coefficient 7,21. Le nombre obtenu représente la quantité correspondante de nitrate de potasse, soit

$$0,1641 \times 7,21 = 2,832.$$

Autre procédé de dosage de l'acide nitrique dans les matières sucrées. Procédé de Schlœsing perfectionné.

Depuis quelques années, le procédé de dosage de l'acide nitrique de Schlœsing a été modifié et rendu très pratique; il est maintenant généralement appliqué dans l'analyse des matières sucrées, et particulièrement des mélasses.

Ce procéde est basé sur la réduction de l'acide azotique en bioxyde d'azote, sous l'influence d'une dissolution de protochlorure de fer.

Le moyen de dosage consiste dans le mesurage du bioxyde d'azote dégagé à l'état de gaz.

N'ayant pas eu l'occasion de pratiquer ce procédé, j'en emprunterai la description à MM. Commerson et Laugier (1).

« Le procédé à suivre consiste à mesurer le volume du « bioxyde d'azote provenant de la réduction de l'azotate « de l'échantillon par le protochlorure de fer en excès et « très acide, et à comparer ce volume de bioxyde d'azote « à celui dégagé d'une quantité déterminée d'une solu- « tion de force connue d'azotate de potasse pur. Cette « quantité doit être choisie de telle sorte que les deux vo- « lumes de gaz diffèrent peu l'un de l'autre.

« Pour préparer la solution d'azotate de potasse, on

(1) Commerson et Laugier, *Guide pour l'analyse des matières sucrées*, p. 278, 1878.

« dissout dans l'eau distillée 80 grammes d'azotate de po-
« tasse pur et sec, de façon à obtenir 1 litre de liquide
« à la température ordinaire de 15°. A l'aide de cette so-
« lution on en prépare une deuxième dix fois plus étendue
« qui servira pour les essais.

« Dans un ballon de 400 cent. cubes, à fond plat, on
« prépare une dissolution très acide de protochlorure de
« fer, en faisant dissoudre au bain de sable de 5 à
« 10 grammes de fil de fer de clavecin dans 50 à 100 cent.
« cubes d'acide chlorhydrique concentré. Quand la disso-
« lution est complète, on adapte au ballon un bouchon de
« caoutchouc portant deux tubes de verre. Le premier de
« ces tubes est un tube abducteur trois fois recourbé pour
« le dégagement du bioxyde d'azote. Par une de ses ex-
« trémités, il ne dépasse que de très peu le bouchon, et
« de l'autre il vient aboutir sous un têt à gaz en plomb
« dans une cuve à eau doublée de plomb, remplie d'eau
« distillée bouillie, privée d'air. Le deuxième tube sert à
« l'introduction du liquide contenant le nitrate ; il se com-
« pose d'un tube droit très court, relié par un robinet en
« verre, ou un ajustage en caoutchouc, serré par une
« pince Mohr à entonnoir de 10 à 20 cent. cubes.

« Le bouchon mis en place, on porte le liquide acide
« du ballon à l'ébullition pour chasser complètement l'air
« qui le remplit. Ce résultat est atteint lorsqu'il ne se dé-
« gage plus de bulles dans la cuve à eau, ce qu'indique,
« en outre, le bruit que produit l'acide chlorhydrique en
« se condensant dans l'eau de la cuve. On place alors une
« éprouvette pleine d'eau sur le têt à gaz et l'on observe
« encore un instant s'il ne se dégage plus de bulles d'air.
« Cela fait, on verse dans l'entonnoir un volume connu
« de la liqueur décime d'azotate de potasse, volume plus
« ou moins fort suivant la teneur présumée en azotate de
« l'échantillon à analyser, puis on ouvre un peu le robinet
« ou la pince de Mohr, de manière que le liquide tombe
« peu à peu dans le ballon. Sans cette précaution, il pour-
« rait se produire une absorption de l'eau de la cuve
« par le refroidissement trop brusque du liquide du ballon.

« Lorsqu'il ne reste plus que très peu de liquide dans « l'entonnoir, on ferme le robinet ou la pince, puis on lave « l'entonnoir et le tube d'abord avec 5 ou 10 cent. cubes « d'eau distillée bouillie, puis avec 4 à 5 cent. cubes « d'acide chlorhydrique pur. Lorsqu'il ne se dégage plus « de bulles de bioxyde d'azote dans l'éprouvette, ce qui « arrive généralement au bout de 8 à 10 minutes, l'opé- « ration est terminée. On en est du reste averti par la re- « prise du bruit dû à la condensation de l'acide. On enlève « alors l'éprouvette de dessus le têt pour la plonger dans « l'eau de la cuve. Si on laissait l'éprouvette en place trop « longtemps, l'eau qu'elle contient se saturerait d'acide « chlorhydrique, et, la condensation de ce dernier ne se « faisant plus qu'avec difficulté, les résultats pourraient « être entachés d'erreur.

« On refait avec un deuxième ballon de 400 cent. cubes, « en prenant la même quantité de fer et d'acide chlorhy- « drique, une deuxième opération avec une quantité con- « nue de la solution de l'échantillon à examiner, et après « avoir laissé prendre au bioxyde d'azote recueilli la tem- « pérature de l'eau de la cuve, on compare son volume à ce- « lui obtenu dans la première opération. Une simple pro- « portion donne la teneur en acide azotique de l'échantillon « soumis à l'essai. La comparaison des volumes de bioxyde « d'azote dispense de faire les corrections de température « et de pression, et écarte les erreurs dues à la solubilité « très faible, il est vrai, du bioxyde d'azote et à la diffu- « sion des gaz de l'eau.

« On peut opérer directement sur les jus sucrés et les « liquides sucrés peu concentrés et impurs. Pour les mé- « lasses, les cuites, les sirops concentrés et les sucres « bruts, il est préférable d'épuiser un poids connu de prise « d'essai, 10 grammes par exemple, par l'alcool à 80°, « qui dissout les azotates avec très peu de sucre. On fait « évaporer la solution pour chasser à peu près complète- « ment l'alcool, avant de l'introduire dans le ballon. Lors- « qu'on fait la lecture des volumes gazeux, il faut avoir « soin de faire coïncider les niveaux intérieurs et exté-

« rieurs de l'eau des éprouvettes. Pour des teneurs en « azotate au-dessous de 1 p. 100, les éprouvettes doivent « être divisées par dixièmes ou par cinquièmes de centi- « mètre cube. »

Dosage de l'azote existant à l'état de nitrite de potasse. — Les deux procédés qui viennent d'être décrits dosent l'azote contenu dans les matières sucrées à l'état de nitrate et de nitrite.

Ces deux sels existent souvent ensemble dans les matières sucrées en cours de travail dans la fabrication et le raffinage des sucres, et vont en s'accumulant dans le résidu mélasse.

On peut avoir intérêt à doser la quantité de nitrite de potasse qui s'y trouve, surtout en vue de l'application de l'osmose, le nitrite de potasse passe dans les eaux d'exosmose, et comme il est déliquescent, il ne peut être éliminé par cristallisation comme le nitrate de potasse : c'est à sa présence que les mélasses d'exosmose doivent les difficultés que le distillateur éprouve à les faire fermenter.

M. Chabrié a donné le moyen de doser l'acide nitreux dans les liquides contenant à la fois des nitrates, des nitrites et des matières organiques, par l'action décolorante qu'exerce l'hyposulfite de soude sur l'iodure d'amidon, produit de la réaction du nitrite sur l'iodure de potassium en présence de l'amidon et de l'acide sulfurique étendu (1).

La quantité d'azote trouvée à l'état de nitrite, déduction de la quantité trouvée à l'état de nitrate et de nitrite réunis, fait connaître la quantité d'azote réellement à l'état de nitrate de potasse.

IV.

DOSAGE DE L'AZOTE EXISTANT DANS LES MATIÈRES SUCRÉES A L'ÉTAT DE COMBINAISON ORGANIQUE.

L'azote contenu dans les matières sucrées à l'état de combinaison organique se dose par différence.

Ainsi, connaissant la totalité de l'azote contenu dans la matière sucrée analysée, soit dans la mélasse prise comme exemple, pour l'azote total, 0,7140.

Connaissant l'azote contenu à l'état d'ammoniaque toute formée s'élevant à.................... 0,1428

Ainsi que l'azote à l'état de nitrate..... 0,3922

Soit ensemble...................... 0,5350

En retranchant ce dernier nombre, 0,5350, de celui qui représente la totalité de l'azote, soit 0,7140, il reste azote en combinaison organique, 0,1790.

La quantité d'azote contenue dans la mélasse examinée se trouve donc ainsi répartie :

Azote à l'état d'ammoniaque.......	0,1428
Azote à l'état d'acide nitrique......	0,3922
Azote en combinaison organique....	0,1790
	0,7140

La quantité de nitrate de potasse contenue dans cette mélasse était de, pour 100 grammes, 2gr,832.

V.

DOSAGE DE L'AZOTE PROTÉIQUE OU DE L'AZOTE ASSIMILABLE.

Le dosage de l'azote protéique ou de l'azote assimilable est basé sur la séparation de l'azote organique au moyen de l'acide acétique qui précipite l'azote protéique.

Une matière sucrée liquide ou solide qui contient de l'azote organique, traitée par l'acide acétique, donne un précipité que l'on peut recueillir et sécher si l'on opère sur une matière liquide, ou qui se trouve coagulée dans la matière solide si l'on opère sur de la pulpe.

Cet azote est ensuite dosé par la chaux sodée en opé-

(2) Chabrié, *Comptes rendus de l'Académie des sciences*, tome LXII p. 1032, 1868.

rant sur la matière solide, débarrassée de ses parties solubles dans l'eau.

La quantité d'azote obtenue, retranchée de la quantité d'azote dosée par différence dans le § IV, donne l'azote soluble alcaloïdal.

Si l'on veut traduire l'azote protéique en matière organique azotée, albumine, etc , on multiplie la quantité d'azote protéique, accusée par l'analyse, par le coefficient 6,25, donné par M. Boussingault (1).

(1) Vivien, *Sucrerie indigène*, p. 182, 20 février 1883.

CHAPITRE IV.

IIe PARTIE.

Opérations de calcul dans l'analyse chimique industrielle des matières sucrées et particulièrement de la mélasse de betteraves prise comme exemple.

Les nombres résultant des opérations de laboratoire, tels qu'ils ont été établis dans la 1re partie de ce chapitre, indiquent bien les quantités de chacun des composants dosés par l'analyse; mais ils n'établissent pas un moyen de comparaison fixe des rapports de composition, non seulement des mélasses de betteraves entre elles, mais encore des mélasses avec les différentes matières sucrées; ce qui est de première importance dans la fabrication et le raffinage des sucres.

Ainsi, la même mélasse, analysée sous des densités différentes, donnera des nombres différents, quoique les quantités relatives des composants soient les mêmes; ainsi encore, deux mélasses de densité et de composition différentes pourront donner les mêmes nombres à l'analyse.

Pour arriver à déterminer la valeur relative des mélasses des différentes origines, il est nécessaire d'établir pour chacune des nombres qui puissent servir de point de comparaison.

Il en est de même pour la détermination de la valeur relative des matières sucrées, soit entre elles, soit par rapport à la mélasse.

Les composants de la mélasse, d'après le groupement des résultats de l'analyse ci-dessus, se divisent en deux classes bien distinctes : d'un côté les sucres, de l'autre les sels; tous les composants de la mélasse et des matières sucrées en cours de travail, à part peut-être de petites quantités de matières non définies, non isolées, et dont la présence ne paraît pas jouer un rôle important, *les mé-*

lasses ne contiennent que du sucre et des sels (1). Il est donc nécessaire de bien établir par des nombres comparables entre eux la quantité relative de sucre et de sels qui existent dans chacune des mélasses et des matières sucrées soumises à l'analyse.

La quantité de sucre contenue dans la mélasse a été déterminée par deux méthodes d'analyse, et l'on a vu qu'elles n'accusaient pas la même quantité de sucre; on pourrait en conclure que l'une des deux est vicieuse; mais la question n'est pas suffisamment étudiée pour choisir avec certitude la méthode la plus exacte; d'ailleurs, cette différence dans la quantité de sucre accusée par les deux méthodes peut révéler des faits nouveaux et intéressants pour les progrès de la fabrication du sucre, et dans le plus grand nombre des analyses faites dans le laboratoire Dubrunfaut depuis 1873, ces deux modes de dosage de sucre cristallisable ont été appliqués comparativement.

Pour établir un point de comparaison entre le sucre, les sels et les autres principes qui peuvent se rencontrer dans les mélasses et les matières sucrées, je prendrai pour base la quantité de sucre accusée au saccharimètre par la notation directe, sans préjuger la question de précision entre les deux méthodes.

J'ai fait connaître longuement les différentes méthodes employées pour doser les sels à acides organiques et à acides inorganiques, à base de potasse et de soude, de chaux et de magnésie, ainsi que les autres matières étrangères et organiques (Voir § 11).

Dans l'analyse commerciale et dans l'analyse légale des sucres bruts, décrites §§ 15 et 16, une seule de ces méthodes est utilisée, celle qui consiste à transformer tous les sels à base de potasse de soude, de chaux et de magnésie à l'état de sulfates et qui est désignée, § 11-III, sous le nom d'incinération sulfurique.

C'est avec les nombres résultant de l'emploi de cette

(1) Dubrunfaut, *Le Sucre*.

méthode d'analyse qu'a été établi le coefficient salin qui sert de base à la mélassimétrie (Voir § 11-I).

Mais l'analyse industrielle ne doit pas se contenter d'une seule méthode de dosage des matières salines et étrangères au sucre ; comme pour le dosage du sucre, elle doit avoir recours à tous les moyens d'observation qui peuvent donner quelques lumières nouvelles et plus profondes sur la composition des matières salines et autres matières étrangères au sucre, et sur l'état dans lequel elles se trouvent dans les matières sucrées.

De plus, il ne suffit pas de déterminer le rapport entre le sucre et les bases à l'état de sulfates dans les matières sucrées ; l'analyse industrielle doit aller plus loin, surtout lorsqu'elle est pratiquée au point de vue, par exemple, de l'application de l'osmose ; l'analyse alors doit fournir des moyens de comparaison qui fassent reconnaître les modifications que les sirops et la mélasse éprouvent par l'application de l'osmose Dubrunfaut, qui, en résumé, est un moyen d'analyse, c'est-à-dire de séparation plus ou moins complète des différents composants de la mélasse.

Les opérations de calcul complémentaires de l'analyse industrielle, comprennent les déterminations suivantes :

I

1° Détermination de la différence des deux titres saccharimétriques pour 100 de matière sucrée analysée ;

2° Détermination de l'excédent de sucre accusé par le procédé Barreswil (inversion et méthode cuprique), par rapport à 100 de sucre accusé par le saccharimètre ou quotient cupro-saccharique.

II

3° Détermination du coefficient salin qui une fois connu conduit aux déterminations suivantes ;

4° Rendement en sucre extractible pour 100 de sucre

contenu dans la matière sucrée analysée, ou quotient saccharimétrique libre ;

5° Rendement en mélasse, ou quotient mélassimétrique ;

6° Quotient salin ;

7° Détermination du quotient organique total.

III

8° Détermination de la quantité de sucres réducteurs par rapport à 100 de sucre cristallisable dosé par rotation, ou quotient saccharimétrique réducteur ;

9° Détermination du glucose à l'état de sucre, ou quotient glucosique ;

10° Détermination des quantités de dérivés du glucose, ou quotient dérivés de glucose.

IV

11° Détermination de la matière sèche autre que le sucre ou non-sucre ;

12° Détermination du quotient de pureté ;

13° Détermination du quotient d'impureté.

V

14° Détermination du quotient alcalin ou du quotient acide libre ;

15° Détermination du quotient acide organique total ;

16° Détermination du quotient acide organique potassique ;

17° Détermination du quotient acide organique calcique.

VI

18° Détermination du poids des bases pour 100 grammes de matière sucrée analysée ;

19° Quotient basique total ;

20° Détermination du titre alcalimétrique des acides organique et inorganique ou de leur équivalent sulfurique ;

21° Quotient acide organique et inorganique réunis ;

22° Quotient acide inorganique ;

23° Détermination du rapport des acides organiques aux acides inorganiques ;

24° Détermination du rapport des bases aux acides organiques et inorganiques réunis.

VII

25° Quotient calcique total ;

26° Quotient chlorure de potassium ;

27° Quotient sulfate de potasse ;

28° Quotient acide phosphorique ;

29° Quotient azote total ;

30° Quotient nitrate de potasse.

Les opérations de calcul basées sur les résultats de l'analyse comprennent donc 30 déterminations qui vont être successivement examinées.

§ 22.

I.

1° *Détermination de la différence des deux titres saccharimétriques pour* 100 *de matière sucrée analysée.*

Les nombres fournis par l'analyse du sucre cristallisable représentent, d'une part, le sucre cristallisable dosé par le saccharimètre, et, d'autre part, le sucre dosé par la méthode cuprique, après inversion (Barreswil).

Lorsque la matière analysée ne contient ni glucose ni dérivés de glucose, il suffit, pour obtenir un nombre qui représente la différence entre les deux titres, de retrancher du nombre accusé par la méthode cuprique après inversion, le nombre accusé par le saccharimètre ; la dif-

férence représente l'excédent du sucre cristallisable pour 100 de la matière sucrée analysée.

Ainsi, dans l'analyse ci-dessus, la quantité de sucre cristallisable déterminée par la méthode cuprique après inversion est de.............................. 50,000

Par le saccharimètre de.................. 46,761

L'excédent de sucre cristallisable par la méthode cuprique après inversion est de......... 3,239

Mais il existait dans la matière sucrée analysée des sucres réducteurs qui se trouvent compris dans cet excédent et qui doivent en être retranchés ; cette quantité trouvée par l'analyse a été de 0,870.

Il reste donc un excédent de sucre cristallisable dosé par la méthode cuprique après inversion : 2,369.

Ce nombre représente bien l'excédent accusé dans la quantité de sucre cristallisable par la méthode cuprique, comme le nombre 3,239 aurait représenté cet excédent si la mélasse analysée n'avait contenu ni glucose ni dérivés de glucose.

2° *Détermination du quotient cupro-saccharique ou de l'excédent du sucre cristallisable accusé par la méthode cuprique après inversion, par rapport à 100 de sucre dosé par le saccharimètre.*

Je désignerai sous le nom de *quotient cupro-saccharique* l'excédent du titre saccharimétrique accusé par la méthode cuprique après inversion, déduction faite du glucose et des dérivés du glucose lorsqu'il s'en trouvera, par rapport à 100 de sucre accusé par le saccharimètre.

On a vu dans l'analyse de la mélasse que la quantité de sucre accusée par le saccharimètre était de 46,761 et que l'excédent du sucre cristallisable par la méthode cuprique après inversion, correction faite des sucres réducteurs préexistant dans la mélasse était de 2,369.

Ces nombres établissent par le calcul suivant que le quotient cupro-saccharique de la mélasse analysée est

de 5,06, soit

$$\frac{2,369 \times 100}{46,761} = 5,06, \text{ quotient cupro-saccharique.}$$

§ 23.

II.

3° *Détermination du coefficient salin.*

Le coefficient salin de la mélasse ou de tout autre liquide sucré, jus et sirops, est le rapport du sucre aux cendres telles qu'on les obtient dans l'incinération sulfurique, après déduction du poids trouvé par expérience de 1/10, — ou bien encore, en multipliant le poids trouvé par 0,9 : — ainsi dans l'analyse ci-dessus, l'expérience directe accuse 13gr,20 de cendres sulfuriques pour 100 de mélasse. La quantité de cendres corrigées par le coefficient 0,9 sera réellement de $13,20 \times 0,9 = 11,88$.

C'est ainsi que l'on procède dans l'analyse commerciale des sucres bruts, tandis que dans l'analyse légale on emploie le coefficient 0,8, pour établir les nombres représentant les cendres corrigées, qui dans ce cas seront représentées par $13,20 \times 0,8 = 10,56$ cendres corrigées (Voir pour plus de détails les §§ 15 et 16).

On détermine ce coefficient en prenant, comme point de comparaison, 1 de cendres corrigées comme unité invariable ; le sucre est représenté dans le coefficient salin par un nombre qui est proportionnel à l'unité et qui doit varier avec la richesse en sucre du produit analysé.

Le coefficient salin se détermine par le calcul suivant, appliqué à l'analyse ci-dessus prise comme exemple.

Cette analyse donne pour le sucre cristallisable dosé par le saccharimètre, qui est toujours celui que l'on doit prendre dans toutes les déterminations. 46,761
et pour les cendres corrigées par 0,9 = ... 11,880

$\frac{46,761}{11,880} = 3,93$, coefficient salin de la mélasse analysée.

Le coefficient de cette mélasse est donc 3,93, c'est-à-dire que pour 1 de cendres, il s'y trouve en sucre cristallisable. 3,93

D'après cette donnée, on comprend que si cette mélasse contenait une plus grande quantité de sucre cristallisable ou donnait moins de cendres, le coefficient en serait plus élevé ; le contraire aurait lieu si le sucre s'y trouvait en moins grande quantité et les cendres en plus grande quantité.

Le coefficient salin d'un liquide sucré peut donc servir à mesurer le degré de pureté dans lequel s'y trouve le sucre, et le degré relatif de pureté de tous les liquides sucrés.

4° *Rendement en sucre extractible pour* 100 *de sucre contenu dans la matière sucrée soumise à l'analyse, ou quotient saccharimétrique libre.*

Dubrunfaut a établi, par de nombreuses analyses, que le coefficient de la mélasse de fabrique de sucre de betterave épuisée de sucre cristallisable par des cristallisations successives avait pour coefficient 3,75.

Depuis, ce nombre a été rectifié, et l'on admet généralement le coefficient 3,50.

Il résulte de là que tout liquide sucré dans lequel le rapport des cendres corrigées par 0,9 sera comme 1 de cendres à 3,50 de sucre, ou 2 de cendres pour 7 de sucre, ou 3 de cendres pour 10,50 de sucre, et ainsi de même pour les mêmes nombres proportionnels, pourra être considéré comme de la mélasse ne pouvant plus donner de sucre par cristallisation.

Il résulte également de là que toute la quantité de sucre cristallisable au delà de 3,50 de sucre pour 1 de cendres peut être considérée comme du sucre extractible par cristallisation, ou du sucre libre.

Il résulte également de là que l'on peut établir la quantité de sucre cristallisable qui se trouve enchaînée à l'état de mélasse dans une matière sucrée.

Il est donc possible, à l'aide de ces données, de déterminer à l'avance la quantité de sucre cristallisable extractible par cristallisation, et, par suite, la quantité de mélasse que peut donner un liquide sucré quelconque en cours de travail. Tel est le rôle de la mélassimétrie.

Dans l'analyse de la mélasse rapportée comme exemple, la mélasse n'est pas complètement épuisée par cristallisation ; elle est au coefficient 3,93 ; par conséquent, elle contient, à l'état de sucre susceptible de cristalliser, la différence entre 3,93 et 3,50, soit 3,93 — 3,50 = sucre extractible par cristallisation 0,41 pour 1 de cendres fourni par les sels contenus dans la mélasse. La quantité de cendres fournies par 100 de mélasse étant de 10,80, la quantité de sucre extractible pour 100 de mélasse sera donc de

$$0,43 \times 10,80 = 4,644.$$

100 kilog. de la mélasse analysée pourraient, étant recuite, donner par cristallisation, en sucre, $4^{k},644$ grammes.

Pour obtenir le quotient saccharimétrique libre de cette mélasse, il suffit de ramener ce nombre à 100 de sucre contenu dans la mélasse par le calcul suivant :

La quantité de sucre dans la mélasse étant 46,761, le quotient saccharimétrique libre sera 99,3.

$$\frac{4,644 \times 100}{46,761} = \text{quotient saccharimétrique, } 99,3.$$

5° *Détermination du quotient mélassimétrique.*

Je désignerai sous le nom de quotient mélassimétrique la quantité de mélasse que peut donner une matière sucrée pour 100 de sucre extractible par cristallisation.

Dans l'analyse ci-dessus, il existait en sucre à l'état de mélasse, pour 100, 46,761 — 4,644 = soit 42,117.

Étant admis que la mélasse contient 50 p. 100 de sucre,

la quantité de mélasse produite pour 4,644 de sucre extractible sera donc de 84,234.

Le quotient mélassimétrique de cette mélasse sera donc

$$\frac{84,234 \times 100}{4,644} = 1810, \text{ quotient mélassimétrique.}$$

On comprend facilement pourquoi ce quotient se trouve aussi élevé : c'est que la matière sucrée soumise à l'analyse était de la mélasse presque complètement épuisée par cristallisation. L'on peut voir, par cet exemple, tous les services que peut rendre le quotient mélassimétrique appliqué aux jus de betteraves, aux masses cuites de premier jet, dans lesquelles il permet de déterminer à l'avance la quantité de mélasse que devra produire la fabrication par 100 kilog. de sucre pur extractible par la fabrication.

Ainsi le quotient mélassimétrique d'une matière sucrée sera d'autant plus élevé que cette matière sera plus épuisée de sucre par cristallisation ; ou bien encore, sera plus riche en sels par rapport au sucre, c'est-à-dire que son coefficient salin sera moins élevé.

6° *Détermination du quotient salin.*

Le quotient salin est le rapport des cendres à 100 de sucre déterminé par le saccharimètre.

Il est, dans la mélasse analysée, $\frac{11,88 \times 100}{46,761} = 25,42.$

7° *Détermination du quotient organique total.*

Le quotient organique total d'une matière sucrée est le rapport des matières organiques considérées dans leur ensemble, c'est-à-dire du non-sucre à 100 de sucre contenu dans la matière sucrée soumise à l'analyse.

On le détermine au moyen du calcul suivant, soit en prenant pour exemple l'analyse de la mélasse ci-dessus :

La quantité de matières organiques prises dans leur ensemble contenues dans 100 de mélasse ayant été trouvée par l'analyse de. 16,099
et la quantité de sucre de. 46,761

Le quotient organique total de cette mélasse sera

$$\frac{16,099 \times 100}{46,761} = 34,4.$$

soit quotient organique total de cette mélasse, 34,4.

§ 24.

III.

8° *Détermination du quotient saccharimétrique réducteur.*

Le quotient saccharimétrique réducteur représente le rapport des sucres réducteurs pris dans leur ensemble à 100 de sucre cristallisable contenus dans la matière analysée.

Dans la mélasse analysée, le sucre cristallisable était de p. 100. 46,761

Les sucres réducteurs de. 0,870

Le quotient saccharimétrique réducteur de cette mélasse est, d'après le calcul suivant, de 1,86.

$$\frac{0,870 \times 100}{46,761} = 1,86,$$ quotient saccharimétrique réducteur.

9° *Détermination du quotient glucosique sucre.*

Dans le dosage des sucres réducteurs se trouvent compris le glucose à l'état de sucre et les dérivés du glucose; l'analyse de la mélasse prise pour modèle donne comme glucose à l'état de sucre, pour 100 de mélasse . . 0,60
soit, d'après le calcul suivant, pour quotient glucosique, sucre 1,28.

$$\frac{0,60 \times 100}{46,761} = 1,28,$$ quotient glucosique sucre.

10° *Détermination du quotient dérivés de glucose.*

D'après la même analyse, les dérivés de glucose étaient de 0,270, qui donnent pour quotient dérivés de glucose, d'après le calcul suivant, 0,57.

$$\frac{0,270 \times 100}{46,761} = 0,57, \text{ quotient dérivés du glucose.}$$

§ 25.

IV.

11° *Détermination des matières étrangères au sucre prises dans leur totalité* (non-sucre).

On désigne sous le nom de matières étrangères au sucre toutes les matières solides qui se trouvent dissoutes dans les liquides sucrés et qui ne sont pas du sucre, soit les matières que les chimistes allemands désignent sous le nom de nichtzucker, c'est-à-dire de non-sucre.

Lorsqu'on détermine par dessiccation la quantité d'eau contenue dans un liquide sucré, comme la mélasse, le résidu constitue la matière sèche qui était contenue en dissolution dans l'eau évaporée.

Cette matière sèche contient le sucre et les matières étrangères, c'est-à-dire le non-sucre.

Pour déterminer la quantité de matières étrangères que contient une matière sucrée, il suffit de connaître sa richesse en sucre et la quantité de matière sèche qu'elle donne par dessiccation. En retranchant le poids du sucre de la matière sèche, on aura le poids de la matière étrangère.

Dans l'analyse de la mélasse donnée comme exemple, la quantité de matière sèche pour 100 était de. .	75,610
La quantité de sucre accusée par le saccharimètre	46,761
La quantité de matières étrangères était donc pour 100	28,849

12° *Détermination du quotient de pureté réel.*

Les chimistes allemands désignent sous le nom de quotient de pureté le rapport du sucre aux matières étrangères à l'état sec, pour 100 parties du mélange.

On distingue deux sortes de quotient de pureté : l'un que le docteur Stammer a nommé quotient de pureté *apparent*, et l'autre, quotient de *pureté réel.*

Le premier, que l'on détermine par les matières étrangères au sucre dosées par la méthode Balling ou Brix, c'est-à-dire par la densité ; le second, que l'on détermine par les matières étrangères dosées par dessiccation.

Le quotient apparent manque complètement d'exactitude, et cependant c'est le plus généralement employé ; le quotient réel, beaucoup plus exact, est moins pratiqué, parce qu'il entraîne à une opération plus longue ; cependant c'est le seul que l'on doive employer et que nous emploierons dans les nombreuses analyses que je ferai connaître dans la suite.

On obtient les nombres représentant le quotient de pureté réel de la mélasse analysée ci-dessus par le calcul suivant :

$$\frac{46,761 \times 100}{75,610} = 61,84, \text{ quotient de pureté réel.}$$

13° *Détermination du quotient d'impuretés, ou rapport des matières étrangères à* 100 *de sucre.*

Le quotient d'impuretés est le rapport des matières étrangères pour 100 de sucre contenus dans une dissolution sucrée soumise à l'analyse.

Le quotient de pureté établit bien ce rapport, mais il se compose de deux nombres essentiellement variables entre eux : le sucre et les matières étrangères, et ne peut fournir un point fixe de comparaison qui puisse servir à déterminer comparativement la valeur des différents

liquides sucrés. Le quotient d'impuretés tel que nous le proposons remplit parfaitement ce but. En effet, le nombre représentant les matières étrangères est essentiellement variable, tandis que le nombre représentant le sucre est fixe et toujours représenté par le nombre 100.

On a vu plus haut que les nombres fournis par l'analyse donnent en sucre 46,761
et en matières étrangères. 28,849

De ces nombres on déduit par le calcul suivant le quotient d'impuretés :

$$\frac{28,849 \times 100}{46,761} = 61,69, \text{ quotient d'impuretés.}$$

§ 26.

V.

14° *Détermination de l'alcali libre ou de l'acide libre pour* 100 *de sucre, ou quotient alcalin, ou quotient acide.*

Le quotient alcalin ou le quotient acide est le rapport de l'alcali libre, ou de l'acide libre contenu dans la matière sucrée analysée, pour 100 grammes de sucre.

Les quantités d'alcali ou d'acide libres sont représentées dans le quotient alcalin par des degrés de la liqueur alcalimétrique de Gay-Lussac, contenant pour 50 cent. cubes 100° alcalimétriques, ou 5 grammes d'acide sulfurique monohydraté.

Il en est de même pour le quotient acide libre déterminé par une liqueur acidimétrique de soude caustique équivalente degré pour degré à la liqueur alcalimétrique.

Dans l'analyse modèle, le titre alcalimétrique pour 100 grammes de mélasse était de. . . . . 5°

La quantité de sucre de 46,761

Le quotient alcalin de la mélasse était donc de 10°,6 d'après le calcul suivant :

$$\frac{5° \times 100}{46,761} = 10°,6, \text{ quotient alcalin.}$$

15° *Détermination des acides organiques en combinaison avec les bases potasse et soude, chaux et magnésie, prises dans leur ensemble, et représentées par leur équivalent d'acide sulfurique monohydraté pour* 100 *de sucre, ou quotient acide organique total.*

Le quotient acide organique total est le rapport en titre alcalimétrique des acides organiques en combinaison avec les bases potasse, soude, chaux et magnésie qui existent dans la matière sucrée analysée et qui se retrouvent dans le produit de la carbonisation sous la forme de carbonates solubles et insolubles, pris dans leur ensemble.

Ainsi, dans l'analyse donnée comme exemple, le titre alcalimétrique des carbonates solubles de potasse et de soude, pour 100 grammes de mélasse, est de. . 100°
et le titre alcalimétrique des carbonates insolubles de chaux et de magnésie est de. . . . . 12°

Le titre alcalimétrique total est donc de . . . 112°
La quantité de sucre étant de. 46,761
Le quotient acide organique total de la mélasse est donc de. 239°
d'après le calcul suivant :

$$\frac{112 \times 100}{46,761} = 239^{\circ}, \text{ quotient acide organique total,}$$

16° *Détermination du quotient acide organique potassique, ou détermination des acides végétaux en combinaison avec les bases potasse et soude, représentées en équivalents d'acide sulfurique monohydraté, pour* 100 *grammes de sucre.*

Le quotient acide organique potassique est le rapport à 100 grammes de sucre des acides végétaux combinés aux bases potasse et soude dans la matière sucrée soumise à l'analyse, et représentés en degrés alcalimétriques par leur équivalent d'acide sulfurique monohydraté.

Dans l'analyse de la mélasse ci-dessus, les bases potasse

et soude combinées à des acides organiques étaient suffisantes pour saturer 100° de liqueur alcalimétrique normale, équivalents à 5 grammes d'acide sulfurique monohydraté.

Dans 100 grammes de la mélasse analysée, il y avait donc en acides organiques combinés à la potasse et à la soude, l'équivalent de 5 grammes d'acide sulfurique monohydraté ; et comme la quantité de sucre était de 46,761, il en résulte que le quotient acide organique potassique de cette mélasse est, comme l'établit le calcul suivant, 214 degrés.

$$\frac{1 \times 10}{46{,}761} = 214^\circ, \text{ quotient acide organique potassique.}$$

17° ***Détermination du quotient acide organique calcique, ou détermination des acides végétaux en combinaison avec les bases chaux et magnésie, représentés en équivalents d'acide sulfurique monohydraté, pour*** 100 ***de sucre.***

Le quotient acide organique calcique est le rapport à 100 grammes de sucre des acides végétaux combinés aux bases chaux et magnésie dans la matière sucrée soumise à l'analyse, et représentés par leur équivalent d'acide sulfurique monohydraté.

L'analyse ci-dessus a donné pour les bases chaux et magnésie combinées à des acides organiques, pour 100 grammes de mélasse, contenant 46,761 de sucre, 12° alcalimétriques, soit, d'après le calcul suivant, pour quotient acide organique calcique, 26 degrés.

$$\frac{12 \times 100}{46{,}761} = 26^\circ \text{ quotient acide organique calcique.}$$

§ 27.

VI.

18° *Détermination en poids des bases potasse et soude, chaux et magnésie, considérées dans leur ensemble, pour* 100 *de matière sucrée analysée.*

Dans l'incinération sulfurique des matières sucrées, le résidu de l'incinération contient ces bases à l'état de sulfates à peu près purs; tout le charbon de la matière organique a été détruit, et les matières minérales en dehors de ces sulfates peuvent être négligées; le résidu représente le poids de ces bases, prises dans leur ensemble et combinées à l'acide sulfurique.

En dosant l'acide sulfurique contenu dans les cendres d'un grand nombre d'analyses de mélasse, Dubrunfaut a reconnu qu'en moyenne la quantité d'acide sulfurique qui s'y trouve, représente la moitié du poids des cendres sulfuriques tel que le donnent l'expérience et la balance; en partageant le poids des cendres sulfuriques en deux parties égales, on a donc d'un côté le poids de l'acide sulfurique, et de l'autre, celui des bases potasse, soude, chaux et magnésie, prises daus leur ensemble.

On comprend que l'équivalent de ces bases étant :

Pour la potasse. . .	588,93	saturant la même quantité d'acide sulfurique anhydre, soit 500.
— la soude. . . .	387,17	
— la chaux. . . .	350,00	
— la magnésie. .	250,00	

Il arrive que ce rapport du poids de l'acide sulfurique à l'ensemble des bases variera suivant que la potasse dominera sur la soude, la chaux sur la magnésie, et la potasse et la soude réunies, sur la chaux et la magnésie réunies. Si l'on s'en rapporte à la moyenne d'un grand nombre d'analyses, on peut admettre parties égales en

poids d'acide et de base; cette donnée peut paraître insuffisamment exacte, et il est préférable d'avoir recours à l'analyse directe pour déterminer la quantité réelle d'acide sulfurique (1). Le poids de l'acide sulfurique accusé par l'analyse, déduit du poids des cendres sulfuriques constaté par expérience, donne exactement par différence le poids des bases prises dans leur ensemble.

L'analyse ci-dessus a donné en cendres sulfuriques, résultat de la pesée non corrigé, 13gr,2.

Il se trouvait dans ces cendres, pour 100 de mélasse, acide sulfurique anhydre (SO^3), 6,6, et en bases potasse, soude, chaux et magnésie, 6,6.

Avec ces nombres il est facile de déterminer le quotient basique total et le quotient acide total.

19° *Détermination du quotient basique total.*

La quantité de bases pour 100 grammes de mélasse étant de 6,6, la mélasse contenant 46,761 de sucre cristallisable, le quotient basique total sera donc de, en poids, 14,11, d'après le calcul suivant :

$$\frac{6{,}6 \times 100}{46{,}761} = 14{,}11, \text{ quotient basique total.}$$

20°. — *Détermination des acides végétaux et minéraux réunis, en poids pour 100 gr. de matière analysée.*

On vient de voir que dans 100 gr. de mélasse, l'ensemble des bases potasse, soude, chaux et magnésie était représenté en poids par 6gr,60; la quantité égale de 6gr,6 d'acide sulfurique qu'elles ont absorbé représente bien l'équivalent d'acides organiques et minéraux auxquels ces bases étaient combinées dans la mélasse.

Si l'on traduit ces 6gr,6 d'acide sulfurique anhydre en

(1) Le moyen nouveau de doser l'acide sulfurique décrit § 21 rend très rapide ce moyen d'examen.

degrés alcalimétriques ordinaires, soit 100° alcalimétriques égalant 5 gr. d'acide sulfurique monohydraté, on aura en équivalent d'acide sulfurique la quantité totale des acides organiques et inorganiques contenus dans 100 gr. de la matière analysée. En ramenant ces nombres à 100 gr. de sucre dans la mélasse analysée, on trouve, par le calcul suivant, que 6gr,6 d'acide sulfurique anhydre (SO^3) représentent en acide sulfurique monohydraté (SO^3HO). 8gr,08

$$\frac{612,5 \times 6,6}{500} = 8^{gr},08 \text{ acide sulfurique monohydraté.}$$

8gr,08 d'acide sulfurique monohydraté représentent en degrés alcalimétriques. . . . . 161°,6

$$\frac{100 \times 8,08}{5} = 161^{\circ},6 \text{ alcalimétriques.}$$

21°. — *Détermination du quotient acide total.*

En ramenant les nombres contenus dans le n° 19 à 100 gr. de sucre dans la mélasse, on obtient le quotient acide total, c'est-à-dire la quantité en poids des acides végétaux et minéraux en combinaison avec l'ensemble des bases représenté par leur équivalent d'acide sulfurique.

Le quotient acide total représenté en équivalents d'acide sulfurique est donc, d'après le calcul suivant, 17,27.

$$\frac{8,08 \times 100}{46,761} = 17,27, \text{ quotient acide total.}$$

soit quotient acide total, représenté en degrés alcalimétriques. . . . . 345°

$$\frac{100 \times 17,27}{5} = 345^{\circ} \text{ quotient acide total.}$$

22°. *Détermination de la quantité d'acides minéraux en poids pour 100 gr. de sucre, ou quotient acide inorganique.*

Connaissant le quotient acide total tel qu'il vient d'être déterminé, le quotient acide organique total tel qu'il a été déterminé n° **15**, il devient possible d'en déduire le quotient acide inorganique, c'est-à-dire que le nombre représentant le quotient acide organique total, retranché du quotient acide total, donnera le quotient acide inorganique.

Dans l'analyse de la mélasse prise pour exemple, le quotient acide total est de. . . . . 345°

Le quotient acide organique total de. . . . . . 239°

106°

Le quotient acide minéral inorganique est donc de 345° — 239° = 106°.

23°. *Détermination du rapport des acides organiques aux acides minéraux ou inorganiques en combinaison avec les bases, ou rapport acide inorganique.*

Le quotient acide organique et le quotient acide inorganique ayant été déterminés comme il vient d'être dit, il est possible d'établir, par des nombres parfaitement comparables entre eux, le rapport qui peut exister dans les matières sucrées, entre les acides organiques et les acides inorganiques représentés, tous les deux par leur titre alcalimétrique ou leur équivalent sulfurique monohydraté.

Si l'on prend pour point de comparaison ou pour nombre invariable le titre alcalimétrique des acides organiques représentés par le nombre 100°, on obtiendra pour les acides minéraux un nombre proportionnel supérieur à 100°, si les acides inorganiques se trouvent en plus grande quantité que les acides organiques; et des nombres inférieurs à 100°, si les acides

minéraux y sont en moins grande quantité ; le nombre obtenu représentera la quantité proportionnelle de ces acides minéraux pour 100° d'acides organiques contenus dans la matière sucrée analysée.

Dans l'analyse de la mélasse prise pour modèle, on a pour 100 gr. de sucre :

En acides organiques. . . . . 239°
En acides inorganiques. . . . . 106°

Le calcul suivant donne le rapport des acides inorganiques pour 100° d'acides organiques :

$$\frac{106 \times 100}{239} = 44{,}3, \text{ rapport acide inorganique.}$$

24°. *Détermination du rapport en poids des bases aux acides organiques, inorganiques et autres matières organiques, ou de l'équivalent acide total.*

On peut arriver, avec les données de l'analyse chimique industrielle et les résultats acquis dans les divers paragraphes précédents, à déterminer le rapport en poids que peuvent présenter les bases potasse, soude, chaux et magnésie, avec les acides organiques et inorganiques avec lesquels elles sont combinées, connaissant :

1° La quantité de matière sèche étrangère au sucre dans la matière sucrée analysée ;

2° D'un autre côté, le poids des bases tel qu'il a été déterminé ci-dessus ;

3° La différence entre les nombres de ces deux quantités représentera les *acides* combinés aux bases.

Sous cette dénomination d'*acide* sont évidemment compris les acides organiques et inorganiques, et même les matières organiques non acides, s'il en existe.

Dans tous les cas, ces matières organiques considérées et dosées comme acide dans cette détermination auront pour résultat d'élever l'équivalent d'acide par rapport aux bases, et rempliront également le but cherché dans la dé-

termination du rapport des bases à l'ensemble qui se trouve désigné sous le nom d'acide.

D'ailleurs, la plupart des matières neutres contenues dans le jus après défécation se transforme successivement en acides sous l'influence des alcalis libres contenus dans les jus déféqués ; c'est ainsi que la pectine et les matières pulpeuses se transforment en métapectate ; l'asparagine en aspartate ; le glucose en glucate et apoglucate ; le sucre cristallisable, lui-même, en perdant sa rotation, neutralise de l'alcali en jouant le même rôle qu'un acide.

On peut donc considérer toutes les matières sèches qui ne sont pas du sucre ou du glucose comme formées des bases potasse, soude, chaux et magnésie, en combinaison avec des acides organiques et des acides inorganiques.

Ainsi, dans l'analyse de la mélasse prise pour exemple, le poids réel des matières étrangères est de. . .	28,849
Mais dans ce nombre se trouvent compris les sucres réducteurs qui n'en ont pas été déduits, soit.	0,870
La quantité réelle des matières étrangères est donc de.	27,979
Si l'on en déduit le poids des bases, de. . . .	6,600
Il reste en acides en poids.	21,379

Pour déterminer le rapport des acides aux bases, on peut prendre pour point de comparaison fixe — par exemple l'unité de base, — soit 1 alors on aura pour équivalent acide 3,23, comme l'établit le calcul suivant :

$$\frac{21,379 \times 1}{6,60} = 3,23, \text{ équivalent acide.}$$

Je ferai connaître dans la suite de ce travail le grand parti que l'on peut tirer de la détermination du rapport des acides en poids aux bases prises comme unité, tel qu'il vient d'être établi, pour apprécier la valeur relative des produits en cours de travail, dans la fabrication et le raffinage des sucres ; la valeur des procédés à l'aide desquels

ils ont été fabriqués, et les résultats que l'on doit en obtenir par l'osmose.

§ 28.

VII

25° *Détermination du quotient calcique total.*

Le quotient calcique est le rapport de la chaux et de la magnésie dans leur ensemble, dosées comme chaux (CaO), soit qu'elle se trouve à l'état libre, soit qu'elle soit en combinaison organique ou inorganique, solubles dans la matière soumise à l'analyse pour 100 de sucre.

Il résulte du dosage de la chaux par la méthode hydrotimétrique, qui dose la chaux et la magnésie réunies sous toutes les formes où ces bases peuvent se rencontrer en dissolution dans le liquide sucré soumis à l'analyse que le nombre obtenu est représenté comme de la chaux seule, CaO.

La quantité de chaux et de magnésie réunies accusée par la méthode hydrotimétrique a été, dans l'analyse ci-dessus, de $0^{gr},513$ p. 100 grammes de mélasse contenant 46,761 de sucre. Ces nombres donnent à la mélasse, pour quotient calcique, 1,09, d'après le calcul suivant :

$$\frac{0^{gr},513 \times 100}{46,761} = 1,09, \text{ quotient calcique.}$$

La méthode hydrotimétrique permettant de doser séparément la chaux et la magnésie, il serait donc facile d'établir un quotient calcique réel et un quotient magnésien ; mais dans l'analyse chimique industrielle, et surtout pour les matières sucrées en cours de fabrication, cette distinction n'est pas nécessaire.

26° *Détermination du quotient chlorure de potassium.*

Le quotient chlorure de potassium est le rapport du

chlorure de potassium à 100 grammes de sucre contenus dans la matière sucrée soumise à l'analyse.

Dans l'analyse ci-dessus, le chlorure de potassium est dosé à l'état de chlore, et les nombres obtenus représentent le chlore, qu'il faut traduire en chlorure de potassium.

La quantité de chlore est pour 100 gr. mélasse 0,9.

$0^{gr},9$ de chlore représentent en chlorure de potassium $1^{gr},892$, d'après le calcul suivant :

$$\frac{0,9 \times 932,13}{443,20} = 1,892, \text{ chlorure de potassium.}$$

La mélasse contenait pour 100 grammes, en chlorure de potassium $1^{gr},892$, et en sucre 46,761 ; le quotient chlorure de potassium est donc, suivant le calcul, 4,04.

$$\frac{1,892 \times 100}{46,761} = 4,04, \text{ quotient chlorure de potassium.}$$

27° *Détermination du quotient sulfate de potasse.*

Le quotient sulfate de potasse est le rapport du sulfate de potasse à 100 de sucre contenu dans la matière analysée.

La quantité de sulfate de potasse accusée par l'analyse a été pour 100 de mélasse, ou pour 46,761 de sucre, de 0,0746.

Ces nombres conduisent au quotient sulfate de potasse 0,159, comme l'établit le calcul suivant :

$$\frac{0,0746 \times 100}{46,761} = 0,159, \text{ quotient sulfate de potasse.}$$

28° *Détermination du quotient phosphorique.*

Le quotient phosphorique est le rapport de l'acide phosphorique à 100 de sucre contenu dans la matière sucrée

analysée. La quantité d'acide phosphorique accusée par l'analyse a été pour 100 de mélasse de $0^{gr},20$.

La quantité de sucre étant de $46^{gr},761$, le quotient acide phosphorique est donc de 0,427.

D'après le calcul suivant :

$$\frac{0,20 \times 100}{46,761} = 0,427, \text{ quotient acide phosphorique.}$$

29° *Détermination du quotient azote total.*

Le quotient azote est le rapport à 100 grammes de sucre de l'azote total contenu dans les matières sucrées soumises à l'analyse. On l'obtient en prenant pour base la quantité d'azote de la matière sucrée, abstraction faite de la forme sous laquelle il s'y trouve.

Dans l'analyse de la mélasse ci-dessus, la quantité totale d'azote a été de 0,714 pour 100 grammes de mélasse et $46^{gr},761$ de sucre. Ces nombres donnent pous le quotient azote 1,52.

$$\frac{0,714 \times 100}{46,761} = 1,52, \text{ quotient azote total.}$$

30° *Détermination du quotient nitrate de potasse.*

Le quotient nitrate de potasse est le rapport à 100 gr. de sucre de l'azote à l'état de nitrate de potasse existant dans la matière sucrée analysée.

On le détermine de la manière suivante : Dans l'analyse de la mélasse, la quantité d'azote à l'état de nitrate de potasse a été de $0^{gr},3922$ p. 100 de mélasse, c'est-à-dire pour $46^{gr},761$ de sucre, soit pour 100 grammes en azote à l'état de nitrate de potasse, 0,991, d'après le calcul :

$$\frac{0,3922 \times 100}{46,761} = 0,838, \text{ azote.}$$

L'équivalent du nitrate de potasse étant 1263,93, le

calcul suivant donne pour le quotient nitrate de potasse de la mélasse analysée, 6,052.

$$\frac{1263,93 \times 0,838}{175} = 6,052.$$

La quantité de nitrate de potasse contenue dans cette mélasse n'a pas été dosée à part.

Nota. — Le quotient ammoniacal et le quotient azote organique peuvent se déterminer par les mêmes calculs que l'azote total ou l'azote nitrique ; mais l'ammoniaque dans la mélasse est en trop petite quantité pour qu'il soit utile d'en faire un quotient ammoniacal, et l'état sous lequel se trouve l'azote organique est trop incertain et trop peu connu pour que le quotient azote organique puisse jouer un rôle important dans l'étude des matières sucrées en cours de travail, et surtout de la mélasse dans la fabrication et le raffinage des sucres.

§ 29.

RÉSUMÉ DES RÉSULTATS OBTENUS DANS L'ANALYSE CHIMIQUE INDUSTRIELLE DE LA MÉLASSE DONNÉE COMME EXEMPLE.

1° *Résumé des opérations de laboratoire.*

Les opérations de laboratoire dans l'analyse chimique industrielle de la mélasse de fabrique de sucre de betterave, prise comme exemple, ont donné les résultats suivants, qui vont être résumés comme modèle de l'analyse chimique industrielle appliquée aux matières sucrées solubles dans l'eau, savoir :

I.	1° Densité au pèse-sirop Baumé à 15°	41°,2
	2° Densité de la dissolution au dixième Gay-Lussac...	1032
II.	3° Eau pour 100	24,39
	4° Matière sèche	75,61
	5° Caractères de la matière sèche	mousse incomplète.
III.	6° Sucre cristallisable dosé par rotation	46,761
	7° Sucre cristallisable dosé par inversion et méthode cuprique	50,000

	8° Sucres réducteurs, par la méthode cuprique......	0,870
	9° Sucre glucose à l'état de sucre fermentescible.....	0,600
	10° Dérivés du glucose............................	0,270
IV.	11° Cendres sulfuriques corrigées par 0,9...........	11,880
	12° Matières organiques totales....................	16,099
V.	13° Titre alcali libre............................	5°
	14° Titre soluble du résidu charbonneux de l'incinération	100°
	15° Titre insoluble du résidu charbonneux de l'incinération	12°
	16° Chaux et magnésie titrées ensemble comme chaux.	0,513
	Chaux dosée séparément........................	0,342
	Magnésie..	0,170
	17° Chlore dans le chlorure de potassium............	0,90
	18° Acide sulfurique à l'état de sulfate de potasse.....	0,074
	19° Acide phosphorique dans les phosphates..........	0,20
	20° Azote total.....................................	0,714
	Azote à l'état d'ammoniaque.......................	0,1428
	21° Azote à l'état de nitrate........................	0,3922
	Azote à l'état organique..........................	0,790

2° *Résumé des opérations de calcul.*

Les opérations de calcul dans l'analyse chimique industrielle de la mélasse ont donné les résultats suivants :

I.	1° Excédent de sucre cristallisable accusé par la méthode cuprique après inversion p. 100.........	3,239
	2° Quotient cupro-saccharique.....................	5,06
II.	3° Coefficient salin...............................	3,93
	4° Quotient saccharimétrique......................	99,3
	5° Quotient mélassimétrique.......................	1810
	6° Quotient salin..................................	25,42
	7° Quotient organique total.......................	34,4
III.	8° Quotient saccharimétrique réducteur............	1,86
	9° Quotient glucosique sucre......................	1,28
	10° Quotient dérivé du glucose.....................	0,57
IV.	11° Matières étrangères (non-sucre).	28,849
	12° Quotient de pureté réel........................	61,84
	13° Quotient d'impuretés...........................	61,69
V.	14° Quotient alcalin...............................	10°,6
	15° Quotient acide organique total...............	239°
	16° Quotient acide organique potassique............	214°
	17° Quotient acide organique calcique..............	26
VI.	18° Quantité et poids des bases réunies............	6,6
	19° Quotient basique total.........................	14,11
	20° Acides végétaux et minéraux en poids, équivalents SO^3HO....................................	161°,6
	21° Quotient acide total en équivalent SO^3HO........	345°
	22° Quotient acide inorganique..............	106°

	23° Rapport des acides inorganiques à 100° d'acides organiques	44,3
	24° Équivalent acide total	3,23
VII.	25° Quotient calcique total	1,09
	26° Quotient chlorure de potassium	4,04
	27° Quotient sulfate de potasse	0,159
	28° Quotient phosphorique	0,427
	29° Quotient azote total	1,52
	30° Quotient nitrate de potasse	6,052

§ 30.

DE DIVERS AUTRES PRINCIPES QUI SE RENCONTRENT DANS LES MATIÈRES SUCRÉES.

Les principes organiques qui entrent dans la constitution des matières sucrées, et particulièrement dans la mélasse, à part les différents sucres, ont été jusqu'à présent, dans ces études, considérés dans leur ensemble. Ainsi, les acides végétaux ont été représentés en équivalents d'acide sulfurique, sans chercher à les distinguer entre eux et à les isoler.

Cette manière de procéder peut suffire au but que le chimiste se propose d'atteindre au moyen de l'analyse chimique industrielle. En effet, les caractères des acides végétaux, et les différences qu'ils peuvent présenter entre eux, importent moins dans ces recherches que leur nature acide, leur capacité de saturation considérée dans leur ensemble ; mais cette manière de procéder n'exclut pas l'application de données plus scientifiques, permettant d'isoler les différents principes, soit acides, soit basiques, qui peuvent se rencontrer dans la mélasse et dans les autres matières sucrées.

Cette partie de l'analyse des matières sucrées, plutôt scientifique qu'industrielle, a été traitée avec détail par MM. Commerson et Laugier (1) : « Les recherches faites « par de nombreux observateurs sur la nature des sub- « stances organiques pouvant se trouver avec le sucre

(1) Commerson et Laugier, *Guide pour l'analyse des matières sucrées*, 2e édition, p. 225, 1878.

« dans les végétaux saccharifères, les jus et les produits
« sucrés, ont établi la présence en quantité variable de
« plusieurs classes bien tranchées de composés orga-
« niques.

« 1° *Composés organiques acides ou jouant le rôle
« d'acide*.— Acides oxalique, citrique, tartrique, malique,
« pectique, parapectique, métapectique, succinique, acé-
« tique, lactique, propionique, butyrique, formique, as-
« partique, glucique, apoglucique, mélassique, ulmique.

« 2° *Composés organiques azotés.* — Albuminoïdes,
« albumine, caséine végétale ou légumine, divers dérivés
« des albuminoïdes (tyrosine, leucine), ferments et corps
« extractifs azotés, asparagine, betaïne, trimethylamine.

« 3° *Composés organiques non azotés*. — Cellulose,
« pectose, pectine, parapectine; substances gommeuse,
« glaireuse, colorantes, grasses ; huiles essentielles, man-
« nite, alcool, amidon. » (Voir pour l'étude de ces diffé-
rents principes, le *Guide pour l'analyse des matières
sucrées*, de MM. Commerson et Laugier.)

CHAPITRE IV.

2e DIVISION.

Analyse chimique industrielle des matières sucrées partiellement solubles dans l'eau; en cours de travail dans la fabrication et le raffinage des sucres de betteraves et de cannes.

Les matières sucrées en cours de travail dans la fabrication et le raffinage des sucres, comprises dans la 2e division du chapitre IV, sur lesquelles doit être appliquée l'analyse chimique industrielle, sont caractérisées par leur nature complexe, qui les rend incomplètement solubles dans l'eau.

Ces matières sont essentiellement composées d'un liquide sucré et d'une matière solide insoluble non sucrée, ne contenant de sucre que parce qu'elle reste imprégnée de la partie liquide ; telles sont la betterave, matière première dans la fabrication du sucre de betteraves; la canne, matière première dans la fabrication du sucre de cannes ; telles sont encore toutes les matières solides que l'on élimine comme résidus de la fabrication sous diverses formes : les pulpes, la bagasse, les écumes de défécation, le noir animal en grain qui a servi à la filtration, le noir animal en poudre qui a servi à la clarification.

Le procédé d'analyse employé doit avoir pour but, avant tout, de séparer la partie liquide sucrée de la partie solide inerte, et d'en déterminer les quantités relatives.

Lorsque le liquide sucré est ainsi extrait, il peut rentrer pour son analyse au rang des matières sucrées solubles dans l'eau, comprises dans la 1re division de ce chapitre, et toutes les opérations de laboratoire et de calcul de l'analyse chimique industrielle peuvent lui être appliquées, mais en tenant compte, bien entendu, de la quantité de ce liquide contenue dans la matière solide soumise à l'analyse.

La détermination de la quantité de matière solide non sucrée et du liquide sucré qui constituent ces matières présente certaines difficultés et exige un temps plus ou moins long, qui a engagé plusieurs expérimentateurs à chercher les moyens de réaliser ces analyses d'une manière simple et rapide ; ces moyens diffèrent selon les matières sur lesquelles on opère ; ce n'est qu'en traitant isolément de l'analyse de chacune d'elles qu'ils peuvent être indiqués et étudiés.

Je commencerai par la matière sucrée la plus complexe, employée dans la fabrication des sucres : la betterave et la canne.

§ 31.

ANALYSE CHIMIQUE INDUSTRIELLE DE LA BETTERAVE ET DE LA CANNE.

Tout ce qui a été dit sur l'analyse chimique industrielle des matières sucrées comprises dans la 1re division peut s'appliquer à l'analyse chimique industrielle du jus de betteraves et du jus de cannes ; mais il est un point important à connaître, aussi bien dans la fabrication du sucre avec la canne qu'avec la betterave : c'est la quantité de jus que contiennent ces matières sucrées. Cette quantité de jus étant connue, et l'analyse en étant faite, il devient facile de ramener les nombres obtenus à la quantité de jus existant dans la betterave elle-même, et de déterminer ainsi la composition de la betterave et de même pour la canne.

1° *Analyse chimique industrielle de la betterave.*

Plusieurs méthodes ont été proposées pour déterminer la quantité de jus contenu dans la betterave ; elles vont être successivement examinées.

Dans l'extraction du jus de la betterave par la méthode des râpes et presses employées dans la fabrication du

sucre, on obtient en général, par une pression énergique, en matière solide pressée, environ 20 p. 100 du poids de la betterave; on pourrait conclure de cette expérience manufacturière qu'elle contient 80 p. 100 de jus et 20 p. 100 de matière solide; mais on sait parfaitement que cette matière solide ou pulpe est encore sucrée, qu'elle retient du jus qu'une division plus grande et qu'une pression plus énergique peut lui enlever, sans cependant l'en épuiser complètement. Il est donc impossible par la division et par la pression de la betterave, ainsi exécutée, d'en extraire tout le jus, et d'en déterminer la quantité réelle en jus et en matière solide.

La méthode généralement employée consiste, à l'imitation du procédé de macération de la betterave pratiquée dans la fabrication du sucre, à épuiser un poids donné de betteraves de toutes les matières solubles, par des lavages à l'eau bouillante, puis à sécher à 100° le résidu épuisé; le poids de ce résidu, déduit du poids de la betterave mis en expérience, représente le jus contenu dans ce même poids. 100 grammes de betteraves râpées ainsi épuisées donnent 2 à 3 grammes de résidu sec, et par conséquent 98 à 97 p. 100 de jus.

Le docteur Stammer a proposé, pour déterminer exactement le jus contenu dans la betterave, de doser la quantité d'eau renfermée dans un poids donné de betteraves, et de doser également la quantité d'eau dans un même poids de jus de la même betterave, et, avec ces deux données expérimentales, d'en conclure la quantité de jus.

Ainsi, si 100 grammes de betterave soumise à la dessiccation accusent une perte de 86 p. 100;

Si 100 grammes de jus de la même betterave accusent une perte, également par la dessiccation, de 89 p. 100,

On en conclura que la betterave contient en jus, 96,62, et en matière solide, 3,38, d'après le calcul suivant :

$$\frac{100 \times 86}{89} = 96{,}62, \text{jus pour } 100.$$

M. Jicinski (1) a mis en doute l'exactitude de cette méthode, qui considère comme faisant partie du jus toute l'eau évaporée pendant la dessiccation, tandis que les tissus eux-mêmes paraissent contenir de l'eau; de plus, on a remarqué que pendant la dessiccation il se dégage beaucoup de gaz, dont le poids est compté comme eau et, par suite, comme jus.

Cette méthode a en outre l'inconvénient d'exiger quarante-huit heures pour son exécution.

M. Jicinsky, pour éviter ces inconvénients, propose d'évaluer la proportion du jus en essayant au polarimètre la betterave, ainsi qu'une partie du jus de la même betterave.

On prend le même poids de jus et de betterave râpée; la betterave râpée est traitée plusieurs fois par de l'eau jusqu'à épuisement complet; on réunit ces eaux, on les clarifie ainsi que le jus par le sous-acétate de plomb, et l'on détermine le titre saccharimétrique des deux liquides par le polarimètre. La quantité de sucre trouvée dans le jus normal obtenu par pression, comparée à la quantité de sucre trouvée dans le jus obtenu par le lavage de la betterave râpée, sert à déterminer la quantité de jus contenue dans la betterave elle-même.

Ainsi, si l'essai saccharimétrique indique pour 100 gr. de jus en poids :

En sucre	12 grammes.
Et pour le jus obtenu par lavage de 100 gr. de betterave............	11gr,5
On aura en jus dans la betterave, p. 100........................	95gr,83

Comme l'établit le calcul suivant :

$$\frac{100 \times 11,5}{12} = 95,83 \text{ de jus p. 100 de betterave.}$$

(1) Jicinsky, *Journal des fabricants de sucre* du 3 juillet 1873.

On voit que cette méthode se rapproche de celle du docteur Stammer, en ce sens qu'au lieu de conclure la quantité de jus contenue dans la betterave par la quantité d'eau contenue dans le jus et dans la betterave, il la conclut par la quantité de sucre contenue dans le jus et dans la betterave elle-même. M. Jicinsky trouve toujours par sa méthode moins de jus que par la méthode Stammer.

Les recherches entreprises par M. Vilmorin pour produire une race de betterave à un maximum constant de richesse saccharine, en choisissant pour porte-graines les betteraves les plus riches en sucre, ont fait chercher des moyens rapides et faciles de déterminer la quantité de sucre qu'elles contiennent, en opérant sur de petites quantités, enlevées à la racine destinée à produire la graine, sans nuire à sa végétation ultérieure.

Voici le moyen que recommande M. Viollette, chargé de pratiquer un grand nombre d'analyses de betteraves destinées à servir de porte-graines (1) : « A l'aide d'une petite sonde en acier à bords coupants, on détache un « cylindre de matière prise du côté du collet, sensiblement au quart de la longueur de la betterave, comptée « entre le collet et la partie où la racine se rétrécit rapidement vers son autre extrémité.

« On peut prendre l'échantillon soit perpendiculairement, soit obliquement à l'axe de la betterave, pourvu « que la sonde rencontre cet axe au quart de la longueur, « telle que je viens de l'indiquer. Des expériences nombreuses m'ont prouvé que la richesse de cet échantillon « représente très sensiblement la richesse moyenne de la « betterave, c'est-à-dire qu'en multipliant la quantité de « sucre pour 100 trouvée dans cette tranche, par le poids « de la betterave privée de collet et d'appendices radiculaires, on a la quantité de sucre réellement contenu dans « la betterave.

« On enlève l'épiderme du petit cylindre de betterave « et on le coupe en lanières fines dans le sens de sa lon-

(1) Viollette, *Dosage du sucre au moyen des liqueurs titrées*, p. 22, 1867.

« gueur jusqu'à concurrence de près de 10 grammes. Avant « de déterminer définitivement la pesée, on découpe les « lanières sur un plan de verre dépoli, en petits morceaux « que l'on réunit dans un verre de montre placé dans le « plateau de la balance où se fait la pesée, que l'on ter- « mine alors très exactement ; on introduit alors, à l'aide « d'une petite pince en fer, les 10 grammes de morceaux « de betterave dans une fiole de 100 cent. cubes ; on « ajoute 10 cent. cubes de liqueur d'acide sulfurique « normal, environ 40 cent. cubes d'eau distillée, et l'on « porte à l'ébullition, en préservant les parois de la fiole « du contact direct de la flamme.

« L'opération demande à être surveillée dès le début, « car il se produit une mousse très abondante aux pre- « mières bulles de vapeur, et le liquide pourrait être en- « traîné au dehors. Cet inconvénient n'est point à crain- « dre si l'on a soin de diminuer la flamme dès que « l'ébullition commence ; peu à peu l'opération marche « rapidement, les bulles se forment de préférence sur les « morceaux de betterave; qui ne tardent pas à cuire et à « tomber au fond, en perdant leur couleur blanche pour « prendre une certaine transparence. Cet effet se produit « après 15 ou 20 minutes d'ébullition: l'opération est alors « terminée. On retire la fiole du feu, on la laisse refroidir « en la plongeant au besoin dans l'eau froide ; et quand on « juge que la température est à 15°, on achève de la rem- « plir jusqu'au trait avec de l'eau distillée. On mélange la « masse par retournement, on filtre dans un vase sec, et « le liquide clair, à peine coloré, est versé à l'aide de la « burette saccharimétrique dans 10 cent. cubes de liqueur « cuprique, en suivant les prescriptions indiquées pour « l'essai du sucre interverti par cette méthode. »

La quantité de sucre ainsi déterminée ne représente pas exactement la quantité de sucre contenu dans la betterave, par cette raison que l'acide employé dans l'interversion du sucre agit en même temps sur les matières pectiques contenues dans la betterave, en donnant naissance, comme

l'a établi le docteur Scheibler, à un glucose doué d'un pouvoir réducteur.

Pour éviter cet inconvénient, M. Vivien recommande l'emploi de l'acide tartrique, M. Pellet recommande de préférence l'acide acétique (1). De plus, lorsqu'il se trouve des sucres réducteurs dans la betterave analysée, comme cela arrive vers la fin de la campagne de fabrication de sucre ou au moment du choix des porte-graines, ces sucres se trouvent dosés par la méthode de M. Viollette, comme sucre cristallisable.

Les nombres obtenus indiquent donc une quantité trop grande de sucre; mais ils paraissent suffisamment approximatifs pour déterminer la valeur saccharine des betteraves entre elles.

Il ne suffit pas de connaître la richesse en sucre de la betterave pour déterminer sa valeur dans la fabrication du sucre ; on a reconnu également la nécessité, dans le choix des porte-graines de doser les sels qui s'y trouvent; en effet, une betterave peut être très riche en sucre et contenir beaucoup de sels ; dans ce cas elle serait inférieure à une betterave qui contiendrait la même quantité de sucre, et même moins de sucre, et relativement moins de sels : on a donc cherché également un moyen simple de doser les sels, le moyen le plus naturel était de soumettre une partie de la betterave elle-même à l'incinération sulfurique. On pouvait, ainsi en opérant sur le même petit cylindre extrait de la betterave à l'emporte-pièce, obtenir les deux données les plus importantes à connaître pour établir la valeur relative des betteraves dans le choix des porte-graines, c'est-à-dire la quantité de sucre qu'elle contient dosé directement sur la betterave par la méthode cuprique après inversion, et la quantité de cendres par l'incinération sulfurique.

M. Pagnoul a recommandé et pratiqué cette dernière méthode comme moyen rapide de déterminer les matières

(1) Vivien et Pellet, *La Sucrerie indigène*, tome XVII, p. 302, 1881.

salines, contenues dans les betteraves (1), avec cette différence, qu'au lieu de l'incinération sulfurique, il pratique la carbonisation simple et détermine le titre alcalimétrique soluble, c'est-à-dire les carbonates alcalins contenus dans le résidu charbonneux.

Il est facile de juger d'après les observations concernant l'état d'insolubilité de certaines bases en combinaison organique dans les tissus de la betterave qui seront reproduites plus loin, que ce mode d'analyse donne bien le total des alcalis et des bases combinées aux acides végétaux dans la betterave elle-même, mais n'indique pas le véritable coefficient salin du jus qu'elle contient, sa valeur réelle dans la fabrication du sucre, et surtout du jus extrait particulièrement par les râpes et les presses.

M. Vivien a indiqué un autre moyen d'analyse de la betterave (2); ce moyen consiste à prélever sur chaque moitié de la betterave à analyser partagée en deux parties dans le sens de sa longueur, des petits prismes pris dans le sens du diamètre de la betterave, d'enlever le derme qui termine l'extrémité de chaque petit prisme, de les couper en tranches très minces et d'en composer un échantillon moyen sur lequel on dose l'eau, les cendres et le sucre.

L'eau est dosée par dessiccation à 105° à l'étuve, en opérant sur 20 grammes de betterave : la perte en poids donne la quantité d'eau contenue dans les 20 grammes que l'on traduit en centièmes.

Le résidu de la dessiccation, après avoir été pesé, est incinéré au rouge sombre jusqu'à destruction complète du charbon. Le poids du résidu donne le poids des cendres pour 20 grammes que l'on traduit également en centièmes.

On opère le dosage du sucre de la manière suivante :

« 30 grammes de l'échantillon moyen de betterave,
« obtenu comme il est dit ci-dessus, sont finement divisés
« et broyés dans un mortier en biscuit avec du gros sable
« pur et 15 à 20 cent. cubes d'eau, jusqu'à désagrégation

(1) M. Pagnoul, *Sucrerie indigène*, tome VI, p. 206, 1871.
(2) Vivien, *La Sucrerie indigène*, tome VIII, p. 148, 1873.

« complète de toutes les cellules; le mélange ne doit plus « présenter que l'aspect d'une bouillie épaisse; on ajoute « 1 à 2 cent. cubés de la solution de tannin que l'on mé« lange intimement dans le mortier; puis, pour compléter « la défécation, l'on ajoute 10 à 12 grammes de sous-acé« tate de plomb et l'on broie à nouveau jusqu'à mélange « parfait. On transvase le tout sur un filtre, on lave le « mortier et le filtre soigneusement et méthodiquement « avec de l'eau distillée chaude.

« On doit conduire cette opération de manière à arriver « à un épuisement complet en n'employant que 280 cent. « cubes d'eau environ; l'épuisement terminé, on laisse « refroidir jusqu'à 15° et l'on jauge à 300 cent. cubes; « on agite pour avoir un mélange parfait, et l'on soumet « le liquide clair au saccharimètre. Pour avoir la teneur « en sucre p. 100 de betteraves, il n'y a plus qu'à multi« plier le nombre obtenu par le saccharimètre par 1,635.

« L'analyse ci-dessus se résume ainsi :

« 20 gr. échantillon moyen ont donné par 100 kilogr.

« Eau, perte totale.	16gr,720
« Sucre (moyenne des observations sacchari- « métriques).	6°,91
« Cendres alcalines (capsule tarée avec 5 gr.). .	4,785

« 100 grammes de betteraves de cette qualité contiendront :

« Eau $\frac{0,01672 \times 100}{0,020}$ = ...	83,600
« Sucre 6°,91 × 1,635.	11,298
« Cendres 5,000 — 4gr,785 $\frac{0,000215 \times 100}{0,020}$ =	1,075
« Matières organiques ou pulpe (par différence).	4,027
	100,000

Suivant ces nombres de M. Vivien, la betterave analysée contiendrait en jus 95,973 p. 100;

Et en matière ligneuse, 4,027.

Cette méthode de déterminer les tissus ligneux ne pré-

sente pas un grand degré de certitude; en effet, les bases potasse, soude, chaux et magnésie sont représentées en grande partie à l'état de carbonates, et aucune d'elles ne se trouve en cet état dans la betterave. Elles y sont, au contraire, en combinaison organique avec des acides végétaux, et l'on ne connaît pas le rapport qui existe entre ces acides organiques et l'acide carbonique qui les remplace dans le produit de l'incinération. Voir pour plus de détails sur cette question, le § 12.

M. Kopista a fait connaître un procédé rapide de détermination de la quantité de jus contenu dans la betterave (1). Par exemple, l'auteur prend 600 grammes de betteraves râpées; il presse, puis recueille 300 grammes de jus. Il mêle les 300 grammes de résidu (pulpe) avec de l'eau, de manière à former un poids de 700 grammes; il chauffe au bain-marie à 50° pendant une demi-heure. Après ce temps, il complète les 700 grammes d'eau; il presse et constate le degré à l'aréomètre Balling, soit 6°
le jus de la première pression marquait . . . . 15°

Si l'on prend pour base de la détermination du jus l'indication aréométrique du jus renfermé dans le résidu, on a

$$\frac{6 \times 700}{15} = 280 \text{ grammes de jus.}$$

on en a extrait déjà 300 grammes par pression, la totalité du jus contenu dans 600 grammes de betteraves est donc de $280 + 300 = 580$ de jus, soit 96,66 p. 100.

M. le Dr Bittmann (2) a publié un long et intéressant travail sur les différentes méthodes de détermination du jus de betteraves déjà préconisées, comme celle de Stammer, Grouven, Muller, basées sur les mêmes principes; et celles de Jicinski et Kopista, qui viennent d'être exposées, et conclut en proposant une méthode par diffusion à chaud. On extrait le jus des cossettes pesées, on dessèche le résidu, on le pèse, et la différence entre le poids de la

(1) Kopista, *Journal des fabricants de sucre*, 1877.

(2) Dr Bittmann. Die Deutsche. Zuch. Ind. *Journal des fabricants de sucre* du 11 septembre 1878.

betterave employée et le poids du résidu donne par différence le poids du jus.

La méthode recommandée par M. le D[r] Bittmann est la méthode généralement employée depuis nombre d'années par la plupart des chimistes ; j'en ai moi-même fait usage dans un travail déposé à la Société d'encouragement en 1851, dans de nombreuses déterminations de la quantite de tissus ligneux des différents organes de la betterave, et dans plusieurs mémoires communiqués à l'Académie des sciences dans les années 1861, 1862, 1882 et 1883, sur la végétation des plantes saccharigènes, travaux qui trouveront place dans les tomes II et III de cet ouvrage.

Ces déterminations m'ont conduit à une observation nouvelle qui a permis de reconnaître sous quel état se trouvent les bases potasse et chaux en combinaison organique dans les différentes parties de la betterave.

Je décrirai ce mode d'analyse et les observations sur lesquelles il est fondé à la fin de ce paragraphe.

En 1874, M. Riffard a proposé une méthode d'analyse des produits et des résidus de sucrerie contenant des matières insolubles, telles que betteraves, pulpes, écumes, etc., basée sur la propriété que possède l'alcool de dissoudre le sucre.

M. Riffard soumet à un lessivage la matière solide contenant du sucre, par de l'alcool à 85° bouillant, en opérant dans un appareil spécial qu'il décrit en ces termes :
« L'appareil le plus convenable est un de ces digesteurs
« dont M. Payen nous a le premier donné le modèle. Il se
« compose d'un ballon de 100 cent. cubes, d'une éprou-
« vette-allonge de 80 cent. cubes, munie à sa partie co-
« nique inférieure d'un tampon de coton, et surmontée
« d'un tube de sûreté à boules ; un petit réfrigérant en
« verre, entourant la moitié supérieure de l'éprouvette,
« complète heureusement le système, qui est maintenu au-
« dessus d'un bain-marie (1).

« La matière desséchée, pulvérisée et pesée, est introduite
« dans l'allonge et recouverte de quelques centimètres

(1) Riffard, *Journal des fabricants de sucre* du 10 décembre 1874.

« cubes d'alcol à 85°; on ajuste l'éprouvette sur le ballon, « qui contient 60 cent. cubes d'alcool à 85°; on met de « l'eau dans le réfrigérant; on adapte le tube à boules et « on chauffe le bain-marie.

« L'alcool ne tarde pas à se vaporiser et vient se con-« denser sur la matière, qui est mise en mouvement conti-« nuel par l'arrivée des vapeurs chaudes. Le volume du « liquide augmente, et, finalement, on arrive à avoir dans « l'éprouvette la presque totalité de l'alcol qui a distillé; « il ne faut pas vaporiser à sec.

« L'épuisement se fait, dans ces conditions, d'une ma-« nière complète, au sein du liquide bouillant: les vapeurs « qu'il émet sont condensées au sommet de l'éprouvette « au fur et à mesure de leur production; leur tension est « suffisante pour contre-balancer la pression atmosphé-« rique et empêcher la rentrée de l'air, puisque le niveau « des boules se maintient à peu près sans variation; en un « mot, ce jeu continu, production et condensation simul-« tanées des vapeurs alcooliques se poursuit pendant toute « la durée de l'opération.

« Quand la presque totalité de l'alcool est passée du « ballon dans l'allonge, on soulève le système et on le « maintient vertical. Il suffit de prendre le ballon dans la « paume de la main, ou de le refroidir artificiellement en « soufflant dessus ou en appliquant un linge mouillé, pour « opérer la rentrée de l'air par les boules. Sous l'influence « atmosphérique, le liquide qui baigne la matière filtre lim-« pide sur le coton et retourne dans le ballon.

« On répète cette opération trois ou quatre fois; le sucre « se concentre dans la dissolution alcoolique, et le même « volume redistillant plusieurs fois sur la matière l'épuise « totalement.

« L'opération dure 20 à 25 minutes, au bout desquelles « on retire le ballon; on vide son contenu dans une cap-« sule; on remet 30 cent. cubes d'alcool dans le ballon, et « on lave par ébullition les parois et le coton. Après cette « deuxième distillation, dont on joint le produit à la liqueur « primitive, on rince avec de l'eau distillée bouillante.

« Les liquides alcooliques réunis forment à peine 100 cent. « cubes que l'on évapore lentement à l'étuve ou sur le « même bain-marie qui est disposé *ad hoc*.

« Par une évaporation ménagée, on possède un extrait « visqueux, coloré le plus souvent en jaune pour les bet- « teraves, et ambré pour les pulpes, écumes, noirs, etc.

« Ce résidu est repris par l'eau distillée bouillante, qui « laisse insolubles des matières grasses, mucilagineuses et « albuminoïdes. Si l'on se propose d'examiner au saccha- « rimètre, on forme, après l'addition de quelques gouttes « de tannin d'abord, et de sous-acétate de plomb ensuite, « un volume de 100 cent. cubes. On filtre et l'on examine « au saccharimètre pour déterminer la quantité de sucre, « ou bien encore, on dose le sucre par la méthode cupri- « que après inversion. »

M. Riffard recommande l'application de sa méthode et de son appareil à l'analyse de la betterave de la manière suivante :

« Découper, sur la longueur de la betterave, des tran- « ches minces dont on pèse 100 grammes que l'on des- « sèche à l'étuve ; le résidu cassant, pulvérisable, est rapi- « dement pesé, puis introduit dans l'éprouvette. On opère « l'épuisement en deux fois, avec 60 cent. cubes d'alcool « que l'on fait monter trois fois ; le résidu de l'évaporation « des liquides alcooliques, repris par l'eau, est amené à « un certain volume sur lequel on dose le sucre.

« On peut encore traiter directement, sans dessiccation « préalable, la betterave découpée et alcoolisée comme ci- « dessus, en employant de l'alcool à 97°, tel que le don- « nent les merveilleux appareils de rectification Savalle. »

M. Riffard revendique la priorité de cette méthode et de cet appareil dans les termes suivants : « Le traducteur « de Wakhoff, M. Merjot, et son jeune collaborateur M. Jules « Gay-Lussac, ont donné, dans la nouvelle édition fran- « çaise, une description *personnelle* de ce système, qu'ils « ont vu pour la première fois, en 1872, fonctionner dans « mes mains, sans daigner rappeler qu'ils m'en doivent « les éléments. On n'enlève rien au prestige d'un ouvrage

« en nommant les chimistes dont on a utilisé les recher-
« ches, tandis qu'en s'enrichissant aux dépens des autres,
« on est exposé de se trouver un jour comme le geai paré
« des plumes du paon. »

Le Dr Scheibler, pour résoudre la question mise au concours par l'Association de l'industrie du sucre de l'empire d'Allemagne, a proposé une méthode et un appareil à peu près semblables à la méthode et à l'appareil de M. Riffard, qui vient d'être décrit.

La question mise au concours était ainsi formulée :

« Comment peut-on, par voie chimique ou physique, « déterminer rapidement et sûrement la teneur en sucre « de canne de la betterave à sucre ? » Dans les motifs de ce concours on trouve : « Comme les méthodes actuelle- « ment connues de détermination du sucre de canne et de « betterave sont en partie inexactes, en partie impratica- « bles par suite de leur exécution trop lente, il est néces- « saire de provoquer la solution de ce problème important « pour l'appréciation du travail des usines, par la fixation « d'un prix, etc. » Le prix fut fixé à 3,000 marks (1).

« J'ai résolu », dit le Dr Scheibler, « la question pen « dante jusqu'ici par l'extraction des parties sucrées de la « plante divisée d'une manière convenable, au moyen « d'une très faible proportion d'un liquide dissolvant le « sucre, l'alcool, l'esprit de bois ou tout autre liquide vo- « latil dissolvant le sucre. »

Je vais décrire les ressemblances et les différences que présente chacune de ces méthodes et chacun de ces appareils, afin de permettre d'en apprécier la valeur.

Dans les deux méthodes, la lixiviation de la matière sucrée solide à analyser, soit par exemple la betterave, se produit par l'alcool à peu près bouillant qui dissout le sucre. Les vapeurs alcooliques qui échauffent la matière sucrée sont fournies par le liquide alcoolique qui a dissout le sucre.

(1) Schüblersche nette Zeitschrif, n° 1, 1879, *Journal des fabricants de sucre*, du 29 janvier 1879.

Les vapeurs alcooliques sont condensées à l'aide d'un réfrigérant qui, dans l'appareil Riffard, est un serpentin, et, dans l'appareil Scheibler, est un double tube formant un espace annulaire, dans lequel circule l'eau froide qui condense les vapeurs alcooliques, qui retombent dans les deux appareils, condensée sur la matière en lixiviation jusqu'à épuisement complet.

L'appareil se compose dans les deux méthodes d'un petit ballon en verre de même capacité, d'une allonge en verre s'adaptant sur le ballon, et dans laquelle se place la matière à analyser. Cette allonge est surmontée du réfrigérant; seulement, et c'est là que commence la différence entre les deux appareils, cette allonge est munie d'un autre tube formant enveloppe à l'allonge, de manière à établir une espace annulaire entre ce tube extérieur et l'allonge. Ces deux tubes réunis, formant l'allonge, sont disposés de telle manière que l'espace annulaire communique avec l'atmosphère du ballon, comme le tube intérieur lui-même qui contient la matière soumise à l'analyse; de telle sorte que les vapeurs alcooliques qui s'échappent du ballon, au lieu de passer directement dans la partie de l'allonge qui contient la betterave et pénétrer dans la couche de betterave de bas en haut, comme dans l'appareil Riffard, se rendent dans l'espace annulaire, chauffent extérieurement le tube contenant la betterave, retombent en partie condensées dans le ballon, et passent en partie à l'état de vapeurs à l'extrémité supérieure de l'allonge, par des ouvertures ménagées à cet effet, arrivent dans le réfrigérant où elles se condensent, et retombent à l'état de liquide sur la partie supérieure de la couche de betteraves, la traverse de haut en bas pour s'écouler d'une manière continue à la partie inférieure, d'où il se rend dans le ballon en traversant un petit tampon de feutre ou de coton, à l'état de dissolution sucrée plus ou moins alcoolique.

La différence que présentent ces deux appareils au point de vue de leur fonctionnement, est dans l'épuisement de la betterave qui se fait par intermittence dans l'appareil Riffard, tandis qu'il se fait d'une manière continue plus

méthodique et plus certaine dans l'appareil Scheibler.

L'avantage est certes à l'appareil Scheibler; mais l'idée première en revient, comme l'a rappelé M. Riffard, à Payen.

Dans l'appareil Scheibler, l'opération avec 25 grammes de betterave, coupée en très petits morceaux, dure environ 45 minutes.

Le sucre se trouve dans le ballon à l'état de dissolution dans un liquide alcoolique marquant environ 40° centièmes.

La betterave épuisée retient une certaine quantité d'alcool ; on la dessèche à l'étuve et on la pèse : son poids est généralement de 4,5 à 5 p. 100 de la betterave employée.

On soumet la dissolution contenue dans le ballon à la polarisation, après en avoir chassé l'alcool par l'ébullition, qui pourrait fausser l'indication polarimétrique, et l'on détermine ainsi la quantité de sucre cristallisable qui était contenue dans le poids de betterave soumis à l'essai.

Si, d'un autre côté, on soumet au même essai polarimétrique du jus extrait de la même betterave par la râpe et la presse, on obtient comme richesse saccharine des nombres qui diffèrent de ceux qui sont obtenus par le traitement à l'alcool.

Les nombres obtenus par la méthode d'épuisement par l'alcool indiquent 95 de jus et 5 p. 100 de tissus, tandis que les nombres obtenus par l'essai saccharimétrique du jus indiqueraient seulement 88 à 92 p. 100 de jus.

Le docteur Scheibler conclut de ces expériences comparatives que la betterave ne contient véritablement en moyenne que 90 p. 100 de jus et 5 p. 100 de matière ligneuse; mais cette matière ligneuse retiendrait dans sa composition 5 p. 100 d'eau que le docteur Scheibler désigne sous le nom d'eau *colloïdale*, pour la distinguer de l'eau à l'état de jus.

Ces conclusions établissent une fois de plus la difficulté de déterminer la quantité de jus et de tissus réellement contenus dans la betterave, par une méthode à l'abri de toute objection.

M. F. Sachs, dans un article paru dans le *Zeitschritz des fabricants allemands*, propose de déterminer le poids du jus par sa richesse en sucre, prise d'abord sur le jus de la betterave râpée, puis d'épuiser la pulpe pressée par deux lavages successifs, de réunir les eaux de lavage au jus, d'en déterminer le volume et la quantité de sucre qui s'y trouve ; ce sucre étant connu, ainsi que la richesse saccharine du premier jus extrait, on peut déduire de ces nombres la quantité de jus et, par différence, la quantité de tissus qui existent dans la betterave (1).

En fabrication, lorsque l'analyse est employée surtout comme contrôle chimique des opérations industrielles, il n'est pas bien utile de déterminer par expérience la quantité de jus contenue dans la betterave, non seulement à cause des difficultés d'obtenir un dosage certain, mais surtout d'établir des moyennes qui représentent exactement la moyenne des betteraves employées ; l'analyse des jus ramenée à leur volume, bien plus facile à établir, est beaucoup plus exacte et suffit pour ce contrôle. Si l'on veut ramener les nombres obtenus par l'analyse du jus au poids de la betterave, on peut admettre une base fixe, mais fictive et toute de convention, telle qu'elle a été proposée, donnant à la betterave pour composition moyenne :

En jus.	95 p. 100	
En tissus.	5 —	(2)

Mais si l'on veut faire une étude plus approfondie de la composition de la betterave, soit au point de vue de l'état sous lequel se trouve ses différents composants, soit particulièrement de l'état et de la nature des sels qu'elle contient, et de la valeur des procédés employés dans la fabrication, il faudra avoir recours à la méthode que je vais indiquer, basée sur les observations suivantes :

Lorsqu'on soumet à l'incinération simple (charbonneuse) un poids donné de la partie solide de la betterave, c'est-

(1) *La Sucrerie indigène*, tome XX, p 68, 1880.
(2) *La Sucrerie indigène*, tome XII, p. 101, 1877.

à-dire la pulpe épuisée de tout principe soluble par des lavages à l'eau froide et à l'eau bouillante, et séché à 100°, on obtient des cendres qui ne contiennent pas de carbonate soluble, et qui, au contraire, contiennent du carbonate insoluble.

Si l'on soumet à l'incinération charbonneuse un poids donné de la même betterave et que l'on détermine le titre alcalimétrique soluble, soit le carbonate de potasse, et le titre insoluble, soit le carbonate de chaux, on a tous les éléments pour déterminer : d'un côté la potasse qui se trouve en combinaison organique dans le jus ; d'un autre côté, la chaux qui se trouve en combinaison organique à l'état soluble dans le jus, après déduction faite des quantités de cette base constatée par expérience dans le résidu de l'incinération du tissu ligneux épuisé.

Exemple. — 100 grammes de betterave ont été soumis à l'incinération charbonneuse ; le résidu donnait en carbonate de potasse soluble, en titre alcalimétrique, 7°,8 ; en carbonate de chaux insoluble, en titre, 5°,2 ;

100 grammes de la même betterave, pris dans la même partie, ont été râpés ; la pulpe à la sortie de la râpe a été lavée d'abord à l'eau froide, puis à l'eau tiède, puis à l'eau bouillante jusqu'à épuisement complet ; le résidu séché et pesé a donné en tissus ligneux, 3,00.

La quantité de jus dans la betterave était donc de 97 p. 100, et les tissus, 3 p. 100.

Le titre soluble et le titre insoluble ci-dessus représentent donc les quantités de bases potasse et chaux qui doivent se rencontrer dans 97 grammes de jus.

En soumettant à l'incinération 97 grammes de jus obtenu par la râpe et la presse, et provenant de la même partie de la betterave, et en en déterminant le titre soluble et le titre insoluble, on trouve pour les 97 grammes de jus pour le titre soluble représentant la potasse, 6°,6, au lieu de 7°,8.

Il existe donc, à l'état insoluble ou en combinaison avec les tissus, la différence 7°,8 à 6°,6, soit 1°,2 par 100 grammes de betterave, ou pour 3 grammes de tissus, soit, en réa-

lité, pour 100 grammes de tissus, 40° alcalimétriques de potasse en combinaison organique.

Quant à la chaux, l'incinération de 100 grammes de la même betterave donne 5°,2.

Le tissu ligneux de 100 grammes de la même betterave, épuisé par des lavages suffisants et incinérés, a donné 3°,09.

Il existait donc à l'état de combinaison organique soluble, dans le jus de 100 grammes de betteraves, 2°,11 ;

Et en combinaison organique, dans 100 grammes de tissu cellulaire, 103°.

Ainsi, le titre alcalimétrique du résidu de l'incinération, de la betterave en nature et du jus extrait par la presse de la même betterave met en évidence ce fait : 1° qu'il existe dans la betterave, de la potasse en combinaison organique à l'état de dissolution dans le jus, et à l'état insoluble dans les tissus, et que de simples lavages à l'eau suffisent pour l'enlever ; 2° qu'il existe également dans la betterave de la chaux en combinaison organique soluble dans le jus et en combinaison organique insoluble dans les tissus que les lavages à l'eau froide et bouillante ne peuvent enlever.

On peut encore obtenir une démonstration plus rigoureuse de ces faits par un moyen plus direct : ainsi, si l'on râpe une betterave et qu'on soumette à la pression la pulpe sortant de la râpe, de manière à la séparer en deux parties égales en poids, l'une contenant la pulpe pressée, l'autre contenant le jus ; que l'on soumette à l'incinération simple, séparément, ces deux parties égales en poids, et que l'on prenne le titre alcalimétrique soluble de chacune de ces parties, on reconnaîtra que 9 fois sur 10 la partie qui contient la pulpe présente un titre potasse plus élevé, quoique contenant une quantité de tissus remplaçant dans le poids 5 à 6 p. 100 du jus ; il arrive même quelquefois que ce titre est de 30 à 40 p. 100 plus élevé que le titre d'un même poids de jus sans tissus.

Ces faits établissent que la matière ligneuse de la betterave privée, par des lavages à l'eau froide et à l'eau chaude,

de toutes les matières solubles qu'elle contient, et séchée, peut bien représenter le poids du tissu ligneux de la racine, mais ne représente pas, assurément, les tissus tels qu'ils y existent, c'est-à-dire les tissus vivants, qui, d'après les faits ci-dessus renferment une certaine quantité de potasse et de chaux en combinaison organique insoluble.

Ces faits établissent encore que la méthode de déterminer la quantité de jus par différence entre le poids du tissu ligneux épuisé par l'eau et séché, et le poids de la betterave soumise à l'analyse, n'est pas à l'abri de toute objection. On peut en conclure approximativement le poids du jus ; mais il n'est pas possible d'en conclure sa composition dans la racine même, surtout au point de vue des bases potasse et chaux en combinaison organique.

Cette méthode n'est donc qu'une méthode approximative de dermination du jus ; mais son application a une importance très grande pour établir l'état et le rôle des bases et des matières salines dans la végétation de la betterave et des autres plantes saccharigènes. Voir, sur ces différentes questions, mon mémoire présenté à l'Académie des sciences, dans la séance du 28 octobre 1882 (1).

Cette méthode d'analyse traduit les bases potasse et chaux en équivalents sulfuriques représentés en degrés alcalimétriques. Ces nombres sont rigoureusement exacts et représentent bien l'équivalent basique des carbonates solubles et des carbonates insolubles ; mais il peut arriver que dans le carbonate soluble considéré comme carbonate de potasse il se rencontre du carbonate de soude ; les salins de betteraves en contiennent toujours une certaine quantité ; mais Dubrunfaut a établi que le carbonate de soude s'y trouvait le plus souvent en équivalent avec le chlorure de potassium, et qu'il n'était que le résultat d'une double décomposition entre les sels de potasse contenus dans la betterave et le chlorure de sodium apporté par les engrais.

(1) *Comptes rendus de l'Académie des sciences* des 28 octobre, 6, 13, 20 novembre 1883. — Bulletin de l'Association des chimistes de sucrerie et de distillerie, mars 1883.

Il en est de même du titre insoluble représenté comme carbonate de chaux. Il peut se trouver dans le résidu de l'incinération une certaine quantité de carbonate de magnésie, de telle sorte que le titre insoluble peut indiquer, non pas seulement du carbonate de chaux, mais un mélange de ces deux carbonates. Dans tous les cas, les degrés alcalimétriques déterminent toujours exactement le pouvoir saturant soit de la chaux, soit un mélange de chaux et de magnésie.

Il n'est pas indispensable pour le but poursuivi dans ces études d'établir exactement dans quel rapport se trouve la potasse et la soude dans le titre soluble, la chaux et la magnésie dans le titre insoluble; il suffit de connaître leur équivalent en degrés alcalimétriques afin de pouvoir fixer les rapports que ces bases en combinaison organique à l'état soluble et à l'état insoluble présentent entre elles.

Ainsi donc, dans le cours de cette étude, le titre alcalimétrique soluble représenté en potasse sera dû ou à de la potasse seule ou à son mélange avec de la soude ; et le titre alcalimétrique insoluble représenté comme chaux sera du à de la chaux seule ou à son mélange avec de la magnésie.

Cette méthode d'analyse peut donc se résumer à :

1° Soumettre à la râpe un poids donné de betteraves ou de parties de betteraves représentant une moyenne ;

2° Soumettre la betterave râpée qui en résulte à la pression et constater exactement le poids de la pulpe pressée ;

3° Soumettre un poids donné de la pulpe pressée, soit la moitié, à un lavage d'abord à l'eau froide, ensuite à l'eau tiède, et enfin à l'eau bouillante jusqu'à épuisement complet de toute matière soluble (l'emploi immédiat de l'eau bouillante aurait pour effet de coaguler dans la pulpe à l'état solide des matières qui s'y trouvaient en dissolution dans le jus);

4° Dessécher le résidu et constater son poids, qui représente les tissus de la betterave dégagés de toute matière soluble dans l'eau et à l'état sec ;

Le poids de la betterave râpée, déduction faite de ce résidu, donne la quantité de jus en poids contenu dans la betterave.

5° Ce résidu de l'incinération titré ne doit pas accuser de titre soluble, à moins que le lavage de la pulpe n'ait été incomplet; il doit donner un titre insoluble, qui représentera la chaux qui se trouve en combinaison organique insoluble dans les tissus;

6° Prendre un poids quelconque de la pulpe pressée, soit l'autre moitié, et la soumettre à la carbonisation, et déterminer sur le résidu charbonneux le titre soluble et le titre insoluble;

7° Prendre un poids de jus extrait par la presse, le soumettre à l'évaporation, puis à la carbonisation, et déterminer sur le résidu charbonneux le titre soluble et le titre insoluble.

Avec les nombres résultant de ces diverses opérations, rapportés à 100 grammes de betterave analysée, et connaissant la quantité de jus en poids;

Connaissant la quantité de tissus épuisés par lavage et à l'état sec;

Connaissant par la carbonisation directe du jus le titre soluble potasse et le titre insoluble chaux;

Connaissant également par la carbonisation de la pulpe pressée, par le titre soluble, la quantité de potasse; par le titre insoluble, la quantité de chaux qui se trouve soit à l'état soluble dans le jus, soit à l'état insoluble dans les tissus; on peut déterminer avec exactitude la quantité de bases potasse et chaux qui se trouvent en combinaison organique insoluble dans les tissus, tels qu'ils existent à l'état naturel dans la betterave.

Je donnerai comme exemple l'analyse suivante:

400 grammes de betteraves ont été râpées et le produit de la râpe soumis à une pression ménagée en ayant soin de ne pas perdre de pulpe.

La quantité de pulpe obtenue pesait 100 gramme et représentait en pulpe pour 100 grammes de betteraves 25 grammes, soit:

$$\frac{100}{4} = 25 \text{ de pulpe pressée p. } 100.$$

100 grammes de jus ont été évaporés et carbonisés; ils ont donné en résidu charbonneux titrant potasse. 7°,6

Titrant chaux........................ 1°,25

50 grammes de pulpe pressée représentant 200 grammes de betteraves ont également été carbonisées et le résidu titrait potasse......... 8°,35

Titrait chaux.......................... 6°,27

Les 50 grammes de pulpe restant ont été lavés à l'eau froide, puis à l'eau tiède et enfin à l'eau bouillante jusqu'à épuisement complet; le résidu desséché à l'étuve à 110° pesait........ 5gr,4

On déduit de ces nombres, d'après les calculs suivants :

1° Que la betterave contient en tissus privés de matières solubles et secs, p. 100............. 2gr,7

Et en jus 100 — 2,7 = ... 97gr,3

2° Que 100 grammes de jus donnant par la carbonisation en potasse et soude 7°,6, et la betterave ne contenant que 97,3 de jus, cette quantité de 97,3 de jus contient en titre potasse, en combinaison organique soluble, 7°,39,

soit : $\frac{7°,6 \times 97,3}{100} = 7°,39$ potasse pour 100 gr. betterave,

et en chaux, également en combinaison organique soluble,

$\frac{1°,25 \times 97,3}{100} = 1°,216$ titre chaux dans 100 gr. betterave;

3° Que l'analyse de 50 grammes de pulpe pressée, représentant 200 grammes de betterave et contenant par conséquent les tissus de 200 grammes de betterave, soit $2,7 \times 2 = 5,4$ de tissu ligneux, ne contenait donc en jus que $50 - 5,4 = 44,6$ jus.

44,6 de jus doivent contenir, d'après l'analyse du jus ci-dessus, en potasse, 3°,389.

soit : $$\frac{7°,6 \times 44,6}{100} = 3°,389.$$

L'analyse de la pulpe en a trouvé 8°,350 ;

La quantité de potasse en combinaison organique à l'état insoluble dans les tissus de 200 grammes de betterave était donc de 8°,350 — 3°,389 = 4°,961 ; soit p. 100 de betterave :

$$\frac{4°,961}{2} = 2°,48 \text{ à l'état insoluble ;}$$

4° Pour la chaux, les quantités solubles dans le jus accusées par l'analyse étant de 1°,25 ;

La quantité trouvée dans l'analyse de la pulpe pressée dans 44gr,6 de jus étant de 6°,27 ;

D'après l'analyse du jus, la quantité de chaux contenue dans 44gr,6 de jus étant de 0,557, soit :

$$\frac{1°,25 \times 44,6}{100} = 0°,557,$$

La quantité de chaux en combinaison organique insoluble dans les tissus est donc de 6°,27 — 0°,557 = 5°,713 ; soit pour 100 grammes de betterave :

$$\frac{5°,713}{2} = 2°,856.$$

L'analyse de cette betterave telle qu'elle vient d'être rapportée s'écrirait ainsi pour 100 gr. de betterave :

Tissus lavés et épuisés par l'eau, ou tissus morts	2,7
Jus	97,3
	100

Potasse en combinaison organique :
A l'état soluble dans le jus, dans la betterave . . . . 7°,39
A l'état insoluble dans les tissus, vivants. 2°,48

Chaux en combinaison organique :
A l'état soluble dans le jus . . . . 1°,216
A l'état insoluble dans les tissus vivants. . 2°,856

4°,072

Soit pour 100 grammes de tissus vivants :
En titre potasse, en combinaison organique :

$$\frac{2^{\circ},48 \times 100}{2,7} = 91^{\circ}$$, soit l'équivalent de $4^{gr},55$, SO^3HO ;

En titre chaux :

$$\frac{2^{\circ},856 \times 100}{2,7} = 105^{\circ}$$, soit l'équivalent de $5^{gr},25$, SO^3HO.

Pour terminer cette analyse, on prend la densité du jus extrait par la presse, on détermine la quantité de sucre qu'il contient par le saccharimètre, et l'on possède alors toutes les données nécessaires pour ramener au besoin tous les nombres obtenus ci-dessus à 100 grammes de sucre dans la betterave.

2° *Analyse chimique industrielle de la canne.*

L'analyse chimique de la canne exige plus de précautions que celle de la betterave. En effet, il n'est pas facile, comme avec la betterave, d'obtenir une portion d'une même canne représentant la composition moyenne de la canne elle-même.

« Le sucre n'est pas également répandu dans les diffé-
« rentes parties de la canne, dit le Dr Icery (1). La por-

(1). Dr Icery, *Recherches sur le jus de la canne à sucre*, brochure, p. 31, 1865.

« tion centrale ou médullaire est plus riche que la portion « nodulaire ou corticale. Lorsqu'on partage un morceau de « manière à comprimer séparément les nœuds, les contre- « nœuds et l'écorce détachée grossièrement entraînant « une certaine quantité de la partie médullaire, on obtient « des résultats dont l'exemple suivant donne une idée « exacte :

	POSITIONS		
	médullaire.	corticale.	nodulaire.
	—	—	—
Densité à 25° centig	1082	1074	1069
Quantité de sucre pour 100	18,4	17,9	17,1. »

Il résulte de ces chiffres que, pour avoir la composition exacte de la canne considérée dans son entier, il est indispensable de faire porter l'analyse sur toute la canne elle-même.

La canne, pour être soumise à l'analyse, doit être préalablement divisée. Le meilleur moyen à employer est la râpe, comme pour la betterave. On obtient ainsi une pulpe qui, bien mélangée, est soumise à la presse.

Le jus qui s'écoule de la pression ne représente pas exactemeut la composition du jus contenu dans la canne; celui qui reste dans la bagasse, d'après M. Icery, renferme moins de sucre et plus de matières étrangères et de matières salines que celui qui s'est écoulé de la pression.

« La quantité de sucre, dit M. Icery, passé un certain « degré de pression, diminue à mesure que celle-ci aug- « mente, et les autres substances, comme les principes « azotés et les sels minéraux, présentent un mouvement en « sens inverse, c'est-à-dire qu'elles augmentent avec la « pression; ce résultat est des plus manifestes et se tra- « duit par des différences de poids auxquelles on serait « loin de s'attendre.

« Une certaine quantité de cannes a été soumise d'abord « à une pression semblable à celle qu'exerce un moulin « fournissant un rendement d'environ 60 p. 100, puis à

« une deuxième pression équivalant à celle d'un moulin « capable de donner 78 p. 100.

« Le vesou obtenu dans le premier cas était propre et « limpide ; dans le second cas, sa limpidité était troublée, « et il renfermait une proportion plus grande de débris « organiques. Après avoir été filtrés avec soin, ils ont été « analysés dans des conditions identiqnes, soit :

	Vesou de canne Bellongu et blanche.		Vesou de canne Perring.	
	1er jet.	2e jet.	1er jet.	2e jet.
Densité....................	1084	1079	1080	1078
Quantité de sucre pour cent.	19,8	18,9	19,6	18,5
Matières albuminoïdes —	0,18	0,27	0,16	0,20
Poids des cendres —	0,20	0,22	0,13	0,23 (1)

Il résulte, de ce qui précède, que l'analyse du jus extrait par pression n'en donne pas la composition exacte, qui ne peut être obtenue que par des lavages à l'eau du résidu de la pression, jusqu'à épuisement complet ; le résidu épuisé et séché à 100° donnera la quantité de tissus, et la différence fera connaître la quantité de jus contenue dans le poids de canne employé à l'analyse.

La partie liquide pourra être soumise à l'analyse chimique industrielle, et tout ce qui a été dit dans le paragraphe précédent sur l'analyse de la betterave et du jus de betterave peut s'appliquer à la canne et au jus de la canne.

§ 32.

ANALYSE CHIMIQUE INDUSTRIELLE DES PULPES DANS LA FABRICATION DU SUCRE DE BETTERAVES ET DE LA BAGASSE DANS LA FABRICATION DU SUCRE DE CANNES.

On désigne en fabrication, sous le nom de pulpe, le résidu solide provenant de l'extraction du jus de la bette-

(1) Icery, *loco citato*, p. 14.

rave, et sous le nom de bagasse, le résidu solide de l'extraction du jus de la canne.

On emploie dans la fabrication du sucre de betteraves plusieurs procédés pour l'extraction du jus : l'un consiste à soumettre à la pression de la presse hydraulique la betterave divisée par la râpe. Un autre, à soumettre à la pression d'une presse continue la betterave divisée sortant également de la râpe; un troisième consiste à soumettre la betterave, non plus à la râpe, mais à l'action d'un coupe-racines qui la divise en fragments, tranches ou rubans minces, selon la convenance des procédés, et que l'on soumet, pour en extraire le jus, à un lavage à l'eau chauffée à une température se rapprochant plus ou moins de 100° centigrades.

J'aurai, dans la suite de cet ouvrage, l'occasion d'étudier ces différents procédés de production du jus au point de vue chimique ; mais, pour l'intelligence de l'analyse, il suffit de savoir qu'ils existent, et qu'ils fournissent chacun un résidu ayant des caractères et une composition différents ; de là la nécessité de les désigner sous leur nom générique de pulpe, en le faisant suivre d'un mot qui indique le procédé dont ils proviennent. Ainsi, la pulpe produite par presses hydrauliques portera le nom de pulpe de presse hydraulique ; la pulpe de presse continue, celui de pulpe de presse continue ; la pulpe de macération, ou, pour nous servir du mot à la mode, la pulpe de *diffusion*, ce qui est exactement la même chose, sera désignée sous le nom de pulpe de diffusion.

Ces pulpes présentant, selon leur origine, des caractères qui peuvent exiger des précautions et des moyens différents pour leur analyse, seront examinées séparément.

L'analyse de ces pulpes peut être faite à deux points de vue : 1° comme résidu de la fabrication, pour la perte en sucre qu'elles lui font subir et pour la valeur de ce sucre ; 2° comme alimentation des animaux, et de sa valeur nutritive.

L'analyse faite à ces deux points de vue peut subir diverses modifications, selon que l'on a pour but l'étude de

l'une ou de l'autre de ces deux questions ; le but principal de cet ouvrage étant surtout l'étude de l'analyse des matières sucrées au point de vue de leur valeur dans la fabrication du sucre, les procédés d'analyse qui doivent être employés, même pour les résidus de la fabrication, doivent se renfermer dans ce but principal et avoir pour résultat général de débarrasser la matière solide du liquide sucré qu'elle retient, et de pratiquer sur ce liquide les différentes déterminations de l'analyse chimique industrielle.

Quant à l'analyse des pulpes au point de vue de leurs propriétés nutritives, question délicate et confuse pour la solution de laquelle l'analyse doit être placée au second rang, en laissant le premier à l'expérience agricole, nous aurons l'occasion d'y revenir dans le courant de cet ouvrage.

I.

ANALYSE DE LA PULPE DE PRESSE HYDRAULIQUE (betteraves).

La pulpe provenant de la pression à la presse hydraulique de la betterave râpée n'est pas uniforme dans toutes ses parties ; elle n'est pas également pressée, et en outre elle contient des morceaux de betterave que l'on désigne en fabrication sous le nom de talons ou de semelles, qui ne sont autres que des morceaux de betterave qui ont échappé à l'action de la râpe, et d'où la pression n'a éliminé aucune partie de jus.

Ces semelles ont une composition différente de la pulpe pressée, et, selon qu'elles existent en plus ou moins grande quantité dans l'échantillon soumis à l'analyse, les quantités de sucre et d'autres matières contenues dans la pulpe s'en trouvent modifiées, de telle sorte que l'analyse faite dans ces conditions ferait porter, si l'on n'y prenait garde, sur la pression, un vice de fabrication qui serait uniquement le résultat d'un vice de division par la râpe.

Il faut donc distinguer, dans la pulpe sortant de la presse

hydraulique que l'on se propose d'analyser, la quantité relative de semelles qui existent dans un poids donné de pulpe.

Le poids de ces morceaux de betterave, ramené à 100 de pulpe sortant de la presse, peut donner un rapport qui servira à mesurer et à comparer l'état de perfection, ou plutôt d'imperfection, du travail de la râpe, et plus ce rapport sera élevé, plus l'imperfection du travail de la râpe sera grande.

Cet examen préalable de la pulpe de presse hydraulique devra être opéré sur une quantité suffisante de pulpe pour avoir une bonne moyenne, soit, par exemple, sur plusieurs kilogrammes.

Le rapport des semelles à la pulpe établit la perte en betterave; ainsi, si, par exemple, 100 de pulpe contiennent 5 de semelles, on peut en conclure que la pulpe contient 5 p. 100 de betterave qui ont échappé à l'action de la râpe.

Ce contrôle est nécessaire pour suivre le travail et permettre au chimiste de renseigner le fabricant sur l'état de la râpe et les pertes qu'elle peut occasionner dans la fabrication. Si, par exemple, le poids de la pulpe sortant de la presse représente 20 p. 100 du poids de la betterave, et si cette pulpe contient 5 p. 100 de semelles, ou pourra en conclure, d'après le calcul suivant, qu'il se trouve dans la pulpe pressée 1 p. 100 de betteraves non attaquées par la râpe, soit $\frac{5 \times 20}{100} = 1$ kilog. betteraves dans la pulpe pour 100 kilog. de betteraves soumises à la râpe.

Les semelles s'élèvent quelquefois jusqu'à 2 p. 100 du poids de la betterave.

Divers chimistes (1) conseillent de comprendre les semelles dans la pulpe pour en faire l'analyse, et de constater ainsi la quantité de sucre perdu dans la pulpe. Je ne suis pas de cet avis; les semelles s'éloignent trop de la pulpe par leur composition en sucre et en sels, et il est

(1) Vivien, *La sucrerie indigène*, tome VIII, p. 556, 1874.

préférable de les considérer comme des parties de betteraves échappées à la râpe ayant la composition de la betterave elle-même, et de les éliminer pour ne pratiquer l'analyse que sur une matière plus uniforme, dont il devient alors facile de préparer un échantillon moyen qui permet d'établir des points de comparaison plus exacts entre des pulpes de pressions différentes obtenues des mêmes presses, et les pulpes de presses différentes, tout en tenant compte de la perte en betteraves du chef des semelles.

Les points les plus importants à connaître au point de vue exclusif de la fabrication, dans l'analyse de la pulpe, c'est non seulement de déterminer la quantité de sucre qui s'y trouve, et qui est ainsi perdue pour la fabrication, mais aussi la quantité de sels qui s'y rencontre également; en un mot, le degré de pureté du sucre; il est donc important de doser non seulement le sucre, mais encore les sels, et d'établir le rapport du sucre aux cendres, c'est-à-dire le coefficient salin.

La pulpe ne diffère de la betterave que dans la proportion de ses composants, qui sont les mêmes pour la pulpe que pour la betterave.

On peut employer dans l'analyse de la pulpe les différents moyens indiqués dans le paragraphe traitant de l'analyse de la betterave, et particulièrement la méthode et l'appareil Riffard et Scheibler; cependant, on peut craindre, dans l'emploi de ces méthodes, que l'alcool ne modifie la composition en sucre et en sels du jus resté dans la pulpe, et donne une idée inexacte de leur rapport et, par suite, de la valeur de ce jus dans la fabrication.

Divers autres procédés ont été indiqués par l'analyse des pulpes. M. Vivien a proposé la méthode suivante (1) :

1° Doser l'eau en prenant 10 grammes de l'échantillon moyen de la pulpe, y compris les semelles, les faisant sécher à l'étuve à 105° jusqu'à dessiccation complète, et constatant la perte en poids qui représente la quantité d'eau;

(1) Vivien. *Sucrerie indigène*, tome VIII, p. 266, 1874.

2° Doser les matières organiques, y compris le sucre, en incinérant le résidu de la dessiccation jusqu'à destruction complète du carbone; la perte en poids par l'incinération représente les matières organiques;

3° Le poids du résidu de l'incinération donne le poids des matières minérales, c'est-à-dire des cendres.

Ces constatations établissent, dans l'exemple cité :

	Pour 10 gram.		Pour 100 gram.
Perte après dessiccation ou eau.	7,90	=	79,00
— incinération ou matières organiques.	1,89	=	18,90
Matières minérales restant . . .	0,21	=	2,10

D'un autre côté, M. Vivien prend 500 grammes de pulpe, qu'il broie finement avec du sable lavé dans un mortier, en y ajoutant 500 grammes d'eau chauffée à 95 degrés.

Lorsque le tout est bien homogène, il filtre et presse le résidu, et l'on fait sur le liquide filtré les constatations suivantes :

On détermine avec le saccharomètre Vivien le poids total des matières dissoutes par litre; la densité du jus, c'est-à-dire le poids du litre, et l'on conclut de ces nombres la quantité d'eau contenue dans un litre de la dissolution;

On détermine sur 100 cent. cubes de la dissolution la quantité du sucre qu'elle contient, par l'essai au saccharimètre;

On détermine également par la méthode cuprique la quantité de glucose.

Le litre de jus pesait au saccharomètre Vivien 1020, correspondant à 65 grammes de matières dissoutes.

Ces diverses constatations donnent pour un litre de la dissolution :

Sucre cristallisable	12
Glucose.	0,1
Sels divers	52,9
Eau	955,0

« D'un autre côté, connaissant la teneur en eau de la « pulpe initiale, nous pouvons déterminer, dit M. Vivien, « combien la pulpe analysée contient de sucre et de glu- « cose, en raisonnant ainsi :

« 955 grammes d'eau correspondent à un litre de jus de « 1020 de densité ; donc 179 grammes d'eau, provenant « de 100 grammes de pulpe et de 100 grammes d'eau, « correspondent à :

$$\frac{1000 \times 179}{955} = 187^{cc},4 \text{ de jus dilué.}$$

« Maintenant, puisque l'analyse a donné pour le jus « dilué, 12 grammes de sucre pour un litre,

$0^{gr},1$ gramme de glucose —

« on peut poser les proportions suivantes, par lesquelles « on détermine les quantités x de sucre et y de glucose « dans 10 grammes de pulpe :

« $1000 : 12 :: 187,4 : x$, d'où $x = 2^{gr},248$

« $1000 : 0,1 :: 187,4 : y$, d'où $y = 0^{gr},018$

« L'analyse de la pulpe pourra donc se traduire comme « suit : 4,66 p. 100 de semelles dans la pulpe.

« 100 de pulpe contiennent :

Eau.	79,000
Sucre	2,248
Glucose	0,018
Cendres.	2,100
Matières végétales.	16,634
	100,00 (1). »

On peut faire les objections suivantes à ce procédé d'analyse :

Lorsqu'on examine les nombres fournis par cette analyse, on trouve que pour 100 de pulpe, le sucre y compris le glucose est de 2,268, et les sels accusés par les

(1) *La Sucrerie indigène*, tome VIII, p. 569, 1874.

cendres, 2,100; il en résulte que le coefficient salin du jus resté dans la pulpe est de

$$\frac{2,268}{2,100} = 1,08, \text{ coefficient salin.}$$

Or, le coefficient de la mélasse est de 3,5; d'après cette analyse, le sucre qui reste dans la pulpe est moins pur que dans la mélasse, et sa composition ne pourrait être comparée qu'à la mélasse d'exosmose cristallisant en sels.

Si les résultats fournis par cette méthode d'analyse étaient exacts, le fabricant de sucre n'aurait aucun intérêt à chercher à reprendre le sucre perdu dans la pulpe, par une pression plus complète ou par tout autre moyen; il aurait au contraire intérêt à le rejeter, car au lieu d'augmenter par son extraction le sucre contenu dans le jus ordinaire, il annulerait à l'état de mélasse une partie du sucre cristallisable contenue dans ce jus.

Telle est la conséquence rigoureuse que l'on peut tirer des nombres fournis par cette analyse. Il est facile d'établir, en se reportant aux observations contenues dans le paragraphe 31 sur les matières salines en combinaison organique dans les tissus, que ce mode d'analyse ne peut donner de résultats exacts, par ce motif que l'incinération de la pulpe donne non seulement les cendres appartenant au jus resté dans la pulpe, mais encore les cendres provenant des bases en combinaison organique dans les tissus.

De plus, il existe encore dans ce mode d'analyse une autre cause d'erreur; en effet, il a été établi § 10 que le saccharomètre Vivien, pas plus que les saccharomètres Brix et Balling qui l'ont précédé, ne peut servir à déterminer d'une manière exacte l'eau et la matière sèche contenues dans un liquide sucré.

Par ces divers motifs, le procédé d'analyse manque d'exactitude et ne peut atteindre le but que l'analyse industrielle des pulpes doit se proposer, soit, je le répète, la détermination de la quantité de sucre qui s'y trouve et sa

valeur relative déterminée par la quantité de sels à laquelle il est forcément associé.

La plupart des chimistes qui ont publié des observations sur l'analyse des pulpes de betteraves se sont le plus souvent renfermés dans le dosage du sucre qu'elles contiennent, sans préoccupation des sels et de leur coefficient salin.

L'un recommande de faire, comme pour la betterave, bouillir la pulpe pendant 10 à 15 minutes dans de l'eau aiguisée d'acide sulfurique ou hydrochlorique, pour produire l'épuisement et l'inversion, et l'on dose ensuite le sucre sur le liquide par la méthode cuprique ; les résultats obtenus de cette méthode sont trop élevés, dit M. Viard, par suite de « la transformation en glucose d'une partie « de la cellulose et des autres corps analogues (1).

« D'autres opérateurs font l'ébullition à l'eau pure pen- « dant 1/4 d'heure et n'ajoutent l'acide que pendant la « dernière minute pour faire l'inversion; les résultats que « l'on obtient ainsi sont assez près de la réalité ; mais la « méthode prête le flanc à la même objection que la pré- « cédente : l'attaque de la cellulose est beaucoup amoin- « drie, mais il y a certainement une action chimique. »

MM. Pellet et Legrand (2) ont reconnu qu'en substituant l'acide tartrique aux acides minéraux, on peut produire l'inversion directe du sucre dans les pulpes, à la dose de 1 gramme d'acide tartrique, 100 cent. cubes d'eau et 30 grammes de pulpe, on évite les causes d'erreur signalées ci-dessus. L'acide citrique et surtout l'acide oxalique agiraient probablement de la même manière.

Ces différents moyens de dosage du sucre dans les pulpes ne résolvent pas le problème de l'analyse industrielle des pulpes, tel qu'il doit être posé et tel qu'il a été posé ci-dessus.

Cette analyse doit comprendre les opérations suivantes :

1° Détermination de l'eau et de la matière sèche, en

(1) Viard, *Journal des fabricants de sucre*, 15 janvier 1879.
(2) Pellet et Legrand, *Journal des fabricants de sucre*, du 21 mai 1879.

opérant sur 10 grammes de pulpe de presse hydraulique sans semelles, à l'étuve chauffée à 110°, jusqu'à dessiccation complète.

2° Prendre 100 grammes de pulpe, y ajouter 200 cent. cubes d'eau distillée, faire bouillir pendant quelques minutes, jeter le tout sur un linge fin placé dans un entonnoir, laisser égoutter pendant quelques minutes, presser le plus fortement possible avec la main, ou mieux avec une petite presse, après avoir fermé le linge avec une ficelle en forme de nouet; puis remettre la pulpe, ainsi pressée, avec 100 cent. cubes d'eau, dans la même capsule, faire bouillir de nouveau, filtrer sur le même linge placé sur le même entonnoir, et presser de nouveau avec la main; répéter encore deux fois successives la même opération avec 100 cent. cubes d'eau, avec ébullition et pression à chaque opération.

Après ces diverses opérations, la pulpe peut être considérée comme épuisée de toute matière soluble dans l'eau; on la fait sécher à l'étuve et, après dessiccation complète, on en constate le poids.

Les liquides provenant de ces diverses pressions, réunis et refroidis à 15°, sont complétés par addition d'eau distillée au volume de 500 cent. cubes, et contiennent toutes les matières solubles existant dans 100 grammes de pulpe.

On peut faire sur cette eau de lavage les mêmes dosages et les mêmes déterminations que celles qui ont été indiquées pour l'analyse industrielle des matières sucrées solubles dans l'eau, telles que jus, sirops et mélasses, en procédant exactement de la même manière; mais le plus souvent il suffira de déterminer : 1° le sucre par le saccharimètre ou la méthode cuprique après inversion; le glucose, s'il en existe, se trouve compté dans ce mode d'analyse comme sucre cristallisable, et avec raison, car il ne peut être que le produit de l'altération du sucre dans la pulpe pendant le temps écoulé depuis son extraction;

2° Les cendres par l'incinération sulfurique;

3° Le coefficient salin, à l'aide des deux nombres précé-

dents, ainsi que le rendement en sucre cristallisable et en mélasse.

4° Si l'on veut pousser plus loin l'examen de la valeur industrielle de cette eau de lavage, on déterminera la quantité de matière solide soluble par différence de poids entre la pulpe sèche avant et après le lavage; cette différence représente le sucre et les matières étrangères; en en déduisant le poids du sucre, on obtient un nombre qui représente les matières étrangères, avec lequel on peut déterminer le quotient de pureté, le quotient d'impureté, le quotient basique total et le quotient organique; à l'aide de ces diverses constatations, on peut établir la valeur industrielle du jus resté dans la pulpe, sa valeur relative avec le jus lui-même et avec les jus et lavages de pulpe obtenus par les autres procédés.

Tous les nombres doivent être ramenés à 100 grammes de pulpe sèche ou mieux à 100 grammes de pulpe telle qu'elle se trouve dans l'échantillon moyen soumis à l'analyse.

Ces constatations ont surtout pour but de reconnaître la valeur industrielle du jus laissé ou perdu dans la pulpe. Il peut être, en outre, important, au point de vue de la valeur relative de ces résidus dans la nourriture du bétail, de connaître la quantité d'azote, et surtout d'azote organique protéique, d'acide phosphorique et de sels organiques qu'ils contiennent. Ces diverses constatations doivent être opérées : pour l'azote, sur le résidu de la dessiccation de la pulpe; pour le dosage de l'acide phosphorique et des sels alcalins, par les différents procédés qui ont été décrits § 21, sur le résidu de l'incinération.

II.

ANALYSE DES PULPES DE PRESSES CONTINUES.

Les pulpes de presses continues, quoique ressemblant beaucoup aux pulpes de presses hydrauliques, en diffèrent cependant par plusieurs caractères; on n'y rencontre

pas de semelles; lorsque la râpe en laisse échapper, la pression des presses continues les écrase et les réduit en pulpe. En général, la pulpe de presses continues est plus homogène et plus uniformément pressée que la pulpe de presse hydraulique, mais elle est plus humide et contient plus de jus, c'est-à-dire qu'elle a subi une pression moins énergique. Il est bien entendu qu'il ne s'agit là que de pulpes de presses continues qui n'ont subi ni macération ni seconde pression.

La quantité de pulpe que donnent les presses continues se rapproche très souvent de 30 p. 100 du poids de la betterave, malgré une plus grande quantité d'eau employée à la râpe qu'avec les presses hydrauliques, qui n'en donnent guère que 20 à 22 p. 100.

Cette quantité de pulpe fournie par les presses continues a fait chercher les moyens de pratiquer sur cette pulpe, après une macération préalable, soit à l'eau froide, soit à l'eau chaude, une seconde pression.

Il résulte de ce qui précède que la composition de ces pulpes doit varier suivant les procédés employés. Malgré ces différences, le procédé pour leur analyse est exactement le même que celui qui vient d'être recommandé et décrit pour l'analyse des pulpes de presses hydrauliques.

III.

ANALYSE DES PULPES DE MACÉRATION OU DE DIFFUSION.

Les pulpes de macération ou de diffusion sont généralement bien moins riches en matières solubles que les pulpes de presses hydrauliques et de presses continues qui viennent d'être examinées. Elles ont éprouvé un véritable lavage à l'eau chaude qui pourrait, s'il était complet, débarrasser la pulpe de toutes les matières solubles; mais le plus souvent on ne pousse pas dans l'atelier le lavage, comme pour l'analyse du laboratoire, jusqu'à épuisement complet, et il devient nécessaire d'examiner, en

cours de travail, jusqu'à quel point cet épuisement a été poussé.

Les cossettes de betterave dont cette pulpe est composée retiennent une grande quantité d'eau.

Il peut arriver que ces cossettes, par une cause quelconque, soit par inégalité dans leur épaisseur, soit que la circulation de l'eau n'ait pas été uniforme dans toutes les couches du diffuseur ; il peut arriver, disons-nous, que ces cossettes ne soient pas épuisées uniformément, et c'est là un point important à constater, afin de pouvoir remédier à cet inconvénient si l'analyse le constate.

Le moyen de constater si l'épuisement est uniforme consiste à prendre, par exemple, 500 grammes de pulpe telle qu'elle sort du diffuseur ; de la soumettre, dans une toile fine placée dans un entonnoir en verre, à un égouttage sans pression, ou avec pression légère des doigts, de manière à obtenir environ 50 cent. cubes de liquide sur lequel on détermine la densité, soit avec l'aréomètre Baumé au 1/10e, soit mieux avec le densimètre de Gay-Lussac.

Après cet égouttage, on met la pulpe dans une capsule et on la chauffe au bain-marie jusqu'à ce qu'elle arrive à la température voisine de l'ébullition, soit jusqu'à 90 ou 95° centigrades ; on la jette alors sur la même toile et on la soumet à une forte pression. On laisse refroidir le liquide qui s'en est écoulé jusqu'à 15° centigrades ; on en prend également la densité, et l'on compare la densité de ce second liquide avec celle du premier.

Si la densité est égale pour les deux liquides à la même température, on peut en conclure que l'épuisement de la pulpe était uniforme ; le contraire existe lorsque la densité du second liquide extrait de la pulpe possède une plus grande densité.

Si le passage à travers la toile ne suffisait pas pour donner un liquide clair, il faudrait opérer la filtration de ces liquides sur un filtre à papier.

Pour compléter l'analyse des 500 grammes de pulpe, on verse sur la pulpe pressée une quantité d'eau suffisante

pour former avec les eaux précédemment extraites 500 cent. cubes d'eaux d'égouttage, de pression et de lavage; l'on chauffe de nouveau au bain-marie jusqu'à 90°, puis on presse; l'eau écoulée de cette dernière pression est réunie aux eaux d'égouttage; puis, ces eaux réunies, étant refroidies, sont complétées au volume de 500 cent. cubes.

Après ce dernier lavage, cette pulpe doit être complètement épuisée; si cependant il restait des doutes, c'est-à-dire si le lavage qui s'écoule de cette dernière pression avait encore une certaine densité au-dessus de l'eau ordinaire, ce qui dépend absolument du degré d'épuisement qu'avait la pulpe elle-même à la sortie du diffuseur, il faudrait pratiquer de nouveaux lavages, jusqu'à épuisement complet de la pulpe.

Le résidu épuisé est mis à l'étuve à 110°, et l'on constate par pesée après dessiccation complète le poids de la pulpe épuisée sèche.

Il est bien compris que ces diverses opérations doivent être pratiquées en prenant toutes les précautions nécessaires pour éviter les pertes de matière.

Ces lavages sont réunis et analysés, et les nombres obtenus doivent être ramenés à 100 grammes de pulpe primitive. Ils sont généralement moins riches en sucre que les lavages résultant des pulpes de presses.

On peut suivre, pour l'analyse industrielle de la pulpe de diffusion, la même méthode qui a été indiquée pour la pulpe de presse hydraulique, et faire sur ces eaux les mêmes dosages et les mêmes déterminations; mais, en présence de la petite quantité de principes utiles retenus dans cette pulpe, il suffit le plus souvent de constater le sucre par le saccharimètre ou la méthode cuprique, après inversion, les cendres par l'incinération sulfurique, et d'en conclure le coefficient salin et le rendement en sucre et en mélasse.

Cette détermination est suffisante pour estimer la valeur industrielle du sucre perdu dans ces pulpes. On peut même, si l'on veut, pousser plus loin l'analyse, et faire sur les

lavages tous les dosages et déterminations qui ont été recommandées pour le jus lui-même (Voir § 31).

L'essai qui vient d'être décrit se pratique sur la pulpe telle qu'elle sort du diffuseur ; dans la plupart des sucreries, cette pulpe, à la sortie des diffuseurs, passe dans des presses continues spéciales pour en éliminer la plus grande partie de l'eau. Alors on obtient une pulpe qui se rapproche de la pulpe de presse continue.

Les moyens d'analyse à employer sont les mêmes.

IV.

ANALYSE DU RÉSIDU DE L'EXTRACTION DU JUS DE LA CANNE A SUCRE OU BAGASSE.

Le procédé généralement employé dans la fabrication du sucre de cannes, pour l'extraction du jus, consiste à soumettre les cannes à la pression de cylindres lamineurs qui les écrasent et en font écouler le jus.

Le résidu de cette pression porte, en fabrication, le nom de bagasse ; cette bagasse se présente sous la forme de cannes aplaties, le plus souvent brisées à l'endroit des nœuds, s'enchevêtrant les unes dans les autres et présentant ainsi un grand volume pour leur poids relativement faible.

La quantité de bagasse ainsi obtenue pour un poids donné de cannes est très variable ; elle dépend de la nature des cannes elles-mêmes, mais aussi et surtout de la force du moulin auquel elles ont été passées.

En général, la quantité de bagasse obtenue par les moulins ordinaires les plus généralement employés représente à peu près 30 p. 100 du poids de la canne ; cette bagasse n'est pas complètement épuisée ; on estime qu'elle contient en moyenne les 2/3 de son poids en jus. Ce jus renfermé dans la bagasse, quoique n'étant pas complètement identique avec le jus sorti par la pression, s'en rapproche beaucoup par la quantité de sucre qu'il contient, et n'en diffère que par une plus grande quantité de matières

salines; mais elles sont en si petite quantité par rapport au sucre dans la canne, qu'il n'est pas nécessaire de tenir compte de cet excédent.

Depuis quelques années on a cherché à appliquer, dans la fabrication du sucre de canne, les divers moyens d'extraction du jus qui ont donné de bons résultats dans la fabrication du sucre de betterave, et, entre autres, l'emploi de l'eau pendant la pression. On a aussi pratiqué la diffusion ; de sorte que l'on pourrait, pour la bagasse, observer à peu près les mêmes divisions que pour la pulpe de betteraves, c'est-à-dire la distinguer en bagasse de 1re pression, bagasse de repression et bagasse de macération ou de diffusion ; mais elles ne diffèrent entre elles que par une quantité de sucre plus ou moins grande, et les sels ne jouent qu'un rôle très secondaire dans le jus de la canne. Le même procédé d'analyse peut s'appliquer indistinctement à la bagasse provenant de l'emploi de ces différents procédés d'extraction de jus.

Le procédé d'analyse industrielle de la bagasse est exactement le même que celui qui a été décrit pour la pulpe de betterave ; il suffit, pour son application, d'extraire à l'état de dissolution dans l'eau tous les principes solubles restés dans la bagasse, et de soumettre cette dissolution à la même méthode d'analyse décrite dans la 1re division de ce chapitre pour les matières sucrées solubles dans l'eau ; soit encore à la méthode plus restreinte employée dans l'analyse des pulpes de betteraves.

Comme pour la pulpe de betteraves, la bagasse doit être soumise, pour arriver à un épuisement complet, à l'ébullition avec de l'eau, pour rompre les cellules qui n'auraient point été déchirées, puis de soumettre la bagasse ainsi bouillie à la pression et à de nouveaux lavages, jusqu'à complet épuisement ; pour le faciliter, il faut diviser la bagasse en petits morceaux à l'aide de ciseaux, en opérant sur une canne dont la partie intérieure moelleuse n'ait pas été séparée de la partie extérieure ligneuse ; dans ces conditions, et à l'aide de cette division, l'épuisement de la pulpe se fait bien, et les lavages obtenus contiennent

tous les principes solubles de la bagasse telle qu'elle sort du moulin.

On constate comme avec la pulpe de betteraves, la quantité de matière sèche avant et après lavage, et de ces diverses constatations on en déduit les quotients indiqués dans l'analyse des pulpes de betteraves. (Voir § 32-I.)

§ 33.

DE L'ANALYSE CHIMIQUE INDUSTRIELLE DES AUTRES RÉSIDUS DANS LA FABRICATION ET LE RAFFINAGE DES SUCRES. — ÉCUMES DE DÉFÉCATION. — NOIR ANIMAL EN GRAINS SORTANT DE LA FILTRATION — NOIR ANIMAL EN POUDRE SORTANT DE LA CLARIFICATION.

Les résidus autres que la pulpe et la bagasse, dans la fabrication et le raffinage des sucres de betteraves et de cannes, susceptibles de retenir du sucre, sont principalement les écumes de défécation, le noir animal en grains employé dans la filtration des jus et sirops, et le noir animal en poudre qui a servi à la clarification des sirops.

Ces différentes matières solides se rencontrent dans ces industries en plus ou moins grande quantité suivant les procédés employés, et elles retiennent une quantité de sucre qui varie avec la richesse saccharine des liquides sucrés d'où elles ont été éliminées, la pression et les lavages auxquels elles ont été soumises.

Le sucre s'y trouve dissous dans le liquide dont la matière solide est restée imprégnée, et il suffit pour l'enlever d'un ou plusieurs lavages à l'eau froide.

Écumes de défécation. — Cependant il est nécessaire de faire une exception pour les écumes provenant de certains procédés de défécation ; quelques chimistes ont prétendu qu'il s'y trouvait du sucrate de chaux tribasique, insoluble dans l'eau. Quoique la formation et la persistance de ce sucrate à l'état insoluble, dans les écumes de défécation, paraissent peu vraisemblables, il est bon d'agir comme si ce sucrate pouvait s'y trouver, et d'avoir recours,

dans l'analyse de ces écumes, aux moyens qui ont été proposés pour le décomposer et mettre le sucre en liberté.

Ce moyen consiste à délayer un poids donné de ces écumes dans deux fois son poids d'eau, d'y faire passer un courant d'acide carbonique jusqu'à saturation complète, et de prendre le titre sucre avant et après le passage de l'acide carbonique.

On a aussi proposé dans le même but de broyer à froid dans un mortier un poids déterminé d'écumes pressées, avec une dissolution de carbonate d'ammoniaque, qui décompose le sucrate et met en liberté le sucre, qui se dissout dans l'eau.

Ces moyens détruisent la composition réelle des écumes; ils rendent solubles certains sels colorés qui se dissolvent dans l'eau; ils ne peuvent être employés qu'en vue du dosage du sucre.

Pour déterminer la pureté relative du sucre contenu dans les écumes, et reconnaître si cette pureté n'est pas amoindrie par les lavages, le degré d'utilité qu'il peut avoir, et jusqu'à quel point il doit être pratiqué, on peut avoir recours au procédé suivant :

On prend les écumes pressées telles qu'elles sortent du filtre-presse sans lavage.

On constate sur 10 grammes la quantité d'eau qu'elles contiennent par une dessiccation à 110° dans une étuve à courant d'air. Cette quantité d'eau se trouve le plus souvent en moyenne de 35 p. 100.

Ces 35 p. 100 représentent l'eau contenue dans le jus resté dans les écumes; il doit s'y trouver à la densité du jus écoulé de la pression, soit en moyenne à la densité de 1035, c'est-à-dire pesant 1035 grammes le litre.

On prend un kilogr. d'écumes et l'on détermine par les calculs suivants la quantité d'eau et, par suite, de jus que ces 1000 grammes contiennent :

$\frac{35 \times 1000}{100} = 350$ grammes d'eau contenus dans le kilog.

$\frac{1035 \times 350}{1000} = 362$ grammes de jus à la densité de 3°,5 contenus dans le kilogr. d'écumes.

Connaissant la quantité d'eau contenue dans le kilogr. d'écumes, si l'on y ajoute un égal volume d'eau distillée, soit 350 cent. cubes, et qu'on broie bien le tout ensemble, de manière à avoir un mélange parfait qu'on soumet à la presse, on obtiendra un liquide qui devra représenter le jus tel qu'il est contenu dans les écumes, étendu de son volume d'eau.

On partagera en deux parties égales le liquide écoulé de la pression ; l'une sera mise à part, et sur l'autre on fera les déterminations suivantes :

1° La densité ;

2° La quantité de sucre par la méthode cuprique après inversion ;

3° Les cendres par l'acide sulfurique ;

4° La chaux par l'hydrotimètre ;

5° Le titre alcali libre ;

6° L'eau par évaporation et dessiccation du résidu.

Les nombres obtenus rapportés au volume total écoulé de la presse, multipliés par 4, représenteront la composition du jus tel qu'il doit se trouver dans les écumes.

Après cette première pression, on délaye de nouveau le tourteau d'écume pressée dans une quantité d'eau égale au volume du liquide écoulé, et, après un mélange parfait, on presse et l'on divise également en deux parties égales le liquide écoulé de la pression ; l'une des deux est ajoutée à la partie du premier lavage mise de côté.

On opère encore deux lavages et pressions successifs en procédant de la même manière dans le partage des liquides qui s'écoulent de la pression, et l'on peut alors considérer les écumes comme complètement épuisées.

Les eaux de lavage réunies et mises à part à chaque lavage représentent la moitié du volume complet de ces eaux, par conséquent la moitié du jus contenu primitivement dans les écumes, c'est-à-dire 181 grammes ; on complète le volume de ces eaux à un litre et on pratique sur ce

liquide les mêmes déterminations que celles qui ont été faites sur le premier lavage ; les nombres obtenus, ramenés au litre et multipliés par 4, doivent être les mêmes que ceux obtenus dans les mêmes constatations faites sur le premier lavage, ramenés au jus contenu dans le kilogr. d'écumes.

Si, au contraire, ces nombres diffèrent, c'est que l'eau aura eu une action dissolvante sur les matières précipitées dans les écumes.

Le dosage de la chaux fera connaître s'il existe dans les écumes des sels de chaux solubles que les lavages peuvent ramener dans le travail.

Le coefficient salin fera connaître l'impureté saline relative des deux eaux de lavage et la quantité de sucre et de mélasse qu'elles peuvent donner.

Le quotient d'impureté fera également connaître le degré d'impuretés organiques et inorganiques dans leur ensemble, qui se trouvent dans ces lavages, et leurs quantités relatives.

A l'aide de ces données, on pourra déterminer le degré d'utilité des lavages des écumes, le point où ces lavages doivent être arrêtés, et leur valeur véritable dans le travail manufacturier.

Le lavage des écumes est une question importante. La quantité produite par la défécation trouble et la double carbonation s'élève de 8 à 10 p. 100 du poids de la betterave mise en travail.

Noir animal en grains. — Le noir animal en grains, après filtration des jus et sirops, reste imprégné après la filtration du liquide sucré qui a passé le dernier sur le noir.

Dans la fabrication du sucre, ce liquide est ordinairement du jus.

Dans le raffinage, c'est un sirop plus dense et beaucoup plus riche en sucre.

Le noir contient en outre des matières salines colorantes et organiques qu'il a enlevées aux liquides qui ont été soumis à la filtration.

Quelques chimistes prétendent même qu'il absorbe aux jus et sirops une quantité de sucre plus grande que celle du liquide dont il reste imprégné. Il est donc utile de débarrasser le noir de ce sucre et de la quantité de liquide sucrée qui le mouille; on y procède en lavant le noir en grains resté dans le filtre au moyen de l'eau bouillante; on continue les lavages jusqu'à ce que l'eau qui s'écoule à la partie inférieure du filtre soit à une densité voisine de l'eau ordinaire.

Certains fabricants redoutent un lavage aussi profond, et préfèrent perdre une partie du sucre et du liquide imprégnant le noir, à cause de l'impureté des eaux de lavage.

M. Champion, qui a fait des études sur cette question, a établi que « par des lavages suffisamment prolongés à « l'eau froide ou mieux chaude, sans addition d'alcali ni « d'acide, on élimine du noir les matières organiques et « la plus grande partie des sels provenant des jus et si- « rops, et que par ces lavages le noir récupère la totalité « pour ainsi dire de son pouvoir absorbant pour les ma- « tières colorantes et organiques (1) ».

Ce fait de la redissolution par l'eau de lavage des substances salines et organiques primitivement absorbées doit être un avertissement pour le chimiste et le fabricant de la nécessité de se rendre compte de la valeur des eaux de lavage, non seulement au point de vue du sucre qu'elles contiennent, mais au point de vue de leur coefficient salin, de leur rendement en sucre et en mélasse, et de leur quotient d'impureté, afin de déterminer jusqu'à quel degré il a intérêt à les recueillir ou à les perdre.

L'analyse chimique industrielle pratiquée sur ces eaux de lavage leur fournira tous les éléments nécessaires à cette appréciation.

Noir animal en poudre résultant de la clarification des sirops. — Le noir animal en poudre jouit des mêmes propriétés absorbantes, même à un plus haut degré, que

(1) Champion, Brevet du 10 février 1876. *La Sucrerie indigène*, tome XI, 5 septembre 1876.

le noir en grains ; il les cède également aux eaux de lavage, et ce noir en poudre peut être également revivifié par des lavages à l'eau froide et à l'eau chaude, comme le noir animal en grains (Champion). On doit donc employer dans l'examen de la pureté relative du sucre contenu dans ces eaux de lavage les mêmes moyens d'analyse.

FIN DU PREMIER VOLUME.

TABLE DES MATIÈRES

CONTENUES DANS LE PREMIER VOLUME.

§ 4.

§ 5.

IIe PARTIE.

§ 6.

§ 7.

CHAPITRE II.

Ire PARTIE.

§ 8.

§ 9.

IIe PARTIE.

§ 10.

CHAPITRE IV.

CHAPITRE IV.

2e PARTIE.

§ 22.

§ 23.

§ 24.

§ 25.

§ 26.

§ 27.

§ 28.

§ 29.

§ 30.

CHAPITRE IV.

2e DIVISION.

§ 31.

§ 32.

§ 33.



Paris. — Imprimerie L. Baudoin et Cᵉ, 2, rue Christine.

OUVRAGES DU MÊME AUTEUR

POUR PARAITRE DANS LE COURANT DE L'ANNÉE 1883

CHIMIE

THÉORIQUE ET PRATIQUE

DES

INDUSTRIES DU SUCRE

TOME IV COMPRENANT :

I. — Étude historique, chimique et industrielle de la Mélasse dans la fabrication et le raffinage des Sucres de Betteraves et de Cannes.

II. — Application de l'analyse chimique industrielle à l'étude de la nature et la formation de la Mélasse dans ces industries.

III. — Influence des altérations du Sucre dans la formation de la Mélasse. Moyens de les prévenir ou de les arrêter.

TOME VI

GUIDE THEORIQUE ET PRATIQUE

DE L'APPLICATION

DE

L'OSMOSE ET DE L'OSMOGÈNE DUBRUNFAUT

DANS

LA FABRICATION ET LE RAFFINAGE DES SUCRES

PARIS. — IMPRIMERIE L. BAUDOIN ET C°, RUE CHRISTINE, 2.

